UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CARACTÉRISATION DE L'AUTOTREMPABILITÉ DES PIÈCES FABRIQUÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES ET ÉTUDE DE L'EFFET DES VARIABLES DU MATÉRIAU ET DU PROCÉDÉ

ÉRIC DUCHESNE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHYSIQUE ET DE GÉNIE DES MATÉRIAUX

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION

DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES

(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)

AVRIL 2000

© Éric Duchesne, 2000

National Library of Canada
Bibliothèque nationale du Canada

Acquisitions and Bibliographic Services
Acquisitions et services bibliographiques

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

395, 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.

0-612-57401-6

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

CARACTÉRISATION DE L'AUTOTREMPABILITÉ DES PIÈCES FABRIQUÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES ET ÉTUDE DE L'EFFET DES VARIABLES DU MATÉRIAU ET DU PROCÉDÉ

Présenté par : DUCHESNE Éric

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté 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. ANGERS Roch, Ph.D., membre

REMERCIEMENTS

Plusieurs personnes m'ont appuyé au cours de ce projet de maîtrise. Tout d'abord je tiens à remercier le professeur Gilles L'Espérance pour m'avoir donné l'opportunité de travailler au sein de son groupe de recherche. Ses convictions, son dynamisme, sa patience, ses capacités intellectuelles font de lui un directeur de recherche hors pair. Il a été pour moi un support tant au niveau personnel que professionnel et ce, tout au cours de mon projet de maîtrise.

J'aimerais également remercier M. Ken Stodola, président de la compagnie Domfer Poudres Métalliques Inc. qui a autorisé d'inclure mon projet dans le cadre du programme de recherche Visa (du Ministère de l'Industrie, Commerce et Technologies) et ainsi financer du début à la fin mon projet de maîtrise. Je suis également reconnaissant envers le groupe de la compagnie Domfer, entre autres MM. Amedeo de Rege, Paolo Miele et Ray Piperni.

Les bonnes relations avec tous mes collègues du Centre de caractérisation microscopique des matériaux, le $(CM)^2$ ont été bien appréciées. Merci à Carl Blais, Isabelle Bourgeois, Elise Campeau, Martin Dionne, Jean-François Dubeau, Jocelyn Gingras, Chantal Godère, Philippe Plamondon, Isabelle Tarquini. Je ne peux passer sous silence le dévouement de Jean Claudinon. Merci également à Jacques Desrochers et Carole Massicotte.

Un merci spécial à mon collègue Benoit Julien. Ses travaux de recherche portent également sur l'autotrempabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Nos discussions, nos échanges d'information sur notre sujet de recherche ont été constructifs et bien appréciés. Ce fut un travail de collaboration et selon moi un travail d'équipe exemplaire.

Finalement, je tiens à offrir ma reconnaissance à M. Bande Hong, mon collègue de bureau pendant quelques années. Il a su me faire profiter de sa grande expérience en métallurgie.

RÉSUMÉ

Le développement d'une technique de caractérisation quantitative de l'autotrempabilité de pièces frittées a été réalisé pour optimiser le procédé de fabrication de pièces autotrempantes de l'industrie de la métallurgie des poudres (M/P). Un montage expérimental a été développé afin de mesurer le taux de refroidissement de pièces frittées en insérant des thermocouples à l'intérieur de celles-ci. La vitesse de refroidissement des pièces est ainsi obtenue et la caractérisation de la dureté et de la microstructure dans les mêmes régions où la vitesse de refroidissement fut mesurée est ensuite réalisée. Cette technique a été appliquée sur des pièces frittées produites à partir des poudres autotrempantes de Domfer MP52, MP55 et MP56 pressées à trois niveaux de densité. L'information obtenue est utilisée pour la construction de diagrammes de mise en œuvre montrant des courbes de la dureté et de la microstructure des pièces en fonction du taux de refroidissement. Ces diagrammes de mise en œuvre (dureté-vitesse de refroidissement-microstructure) sont utiles pour optimiser les paramètres du frittage et spécifier le type de mélanges de poudres nécessaire pour parvenir à la microstructure et les propriétés de pièces désirées. Ces résultats expérimentaux ont ensuite été analysés afin d'obtenir une expression mathématique reliant la dureté des pièces à leur densité, à la vitesse de refroidissement et au pourcentage de carbone. Cette équation est utile pour la conception initiale de pièces autotrempantes, le choix des mélanges de poudres optimums et l'optimisation du procédé de frittage des pièces. Cette équation peut également servir

aux fabricants de pièces pour caractériser leur procédé de frittage des pièces d'une façon simple. En effet, la caractérisation de la dureté et de la densité d'échantillons de géométrie simple (kit de trempabilité) et frittés en usine permet d'évaluer d'une façon précise la vitesse de refroidissement du four de frittage utilisé grâce au diagramme de mise en œuvre mentionné plus haut. Avec la connaissance du taux de refroidissement du four de frittage, le fabricant peut à nouveau utiliser l'équation pour cette fois-ci prévoir la dureté de pièces éventuelles en fonction de leur densité.

La caractérisation détaillée de la microstructure des pièces autotrempantes frittées nous a amené à constater qu'il était possible de retrouver dans la microstructure normalement martensitique des îlots de bainite ou de perlite fine. Ces îlots foncés ayant des propriétés mécaniques différentes sont difficilement identifiables par microscopie optique et nécessite d'être caractérisés par microscopie électronique à balayage (MEB). Cet équipement dispendieux n'est cependant pas à la disposition de tous les laboratoires industriels. Ceci nous a emmené à développer une procédure automatique de caractérisation de la microstructure des pièces autotrempantes combinant l'analyse d'images et la microdureté. Cette procédure de caractérisation complète de la microstructure sera pratique pour les fabricants de pièces autotrempantes et entraînera une meilleure compréhension du comportement de la pièce en service.

Suite aux travaux réalisés sur la caractérisation quantitative de l'autotrempabilité, nous nous sommes interrogés sur la possibilité de modifier la composition chimique de la

poudre et la formulation des mélanges ou les paramètres du procédé de frittage dans le but d'élargir les domaines d'applications possibles de pièces autotrempantes. L'étude de différents mélanges de poudres a donc été réalisée de même que l'effet du revenu des pièces. Les avantages de combiner les technologies du préalliage (à l'état liquide) de certains éléments d'addition et de l'ajout de poudre élémentaire (à l'état solide) de nickel ont été démontrés et permettent de maximiser l'autotrempabilité et les propriétés mécaniques des pièces frittées. Le nickel ajouté à l'état solide diffuse à hautes températures mais cette diffusion est limitée, ce qui conduit à une microstructure hétérogène. Cette structure hétérogène semble être la raison de l'amélioration significative des propriétés mécaniques. Les propriétés mécaniques étudiées sont la dureté, la ténacité (résistance à l'impact) et la résistance à la traction.

ABSTRACT

The development of a characterization technique to determine quantitatively the sinter-hardening of parts is realized to optimize the production process of sinter-hardened parts of the P/M industry. The experimental technique reproduces the continuous cooling conditions that occur in typical sinter-hardening processes and permits the determination of the sinter-hardening of powder mixes as a function of material and process variables, particularly the cooling rate after sintering and the density of the parts. The method uses a sample with a relatively simple geometry subjected to different temperature-time cycles in order to simulate sintering cycles, particularly the cooling rate after sintering. Thermocouples are embedded in different areas of the sample in order to determine precisely the local cooling rate in these regions. The cooling rates are then related to the apparent hardness and the microstructure characterized in the same areas for which the cooling rate was determined, thereby permitting construction of apparent hardness-cooling rate-microstructure processing diagrams. Such diagrams are shown to be very useful in order to select the appropriate powder mix for specific sinter-hardening conditions and to optimize the sintering process. These experimental results are then modeled to derive a mathematical expression to predict the apparent hardness of sinter-hardened parts as a function of cooling rate, density and carbon content of the parts. This equation can also be used by parts manufacturers to characterize their sintering process in a easy way. The hardness and density characterization of samples of simple geometry

(hardenability kit) sintered in production furnace allow to evaluate precisely the cooling rate of the sintering furnace used with the processing diagrams described above. With the knowledge of the cooling rate of the sintering furnace, the part producer can another time used the equation to predict this time the hardness of future parts at a given density.

The detailed microstructure characterization of sinter-hardened parts allow us to establish that it was possible to observe some bainite or fine pearlite islands in the microstructure which is normally martensitic. These black islands are difficult to identify by optical microscopy and can be characterized at higher resolution in a scanning electron microscope (SEM). However, this technique is time consuming and not all industrial laboratories have access to such equipment. It is important to distinguish the bainite from the pearlite since they will lead to different mechanical properties. This lead us to develop an automatic microstructure characterization procedure of sinter-hardened parts which combined image analysis and microhardness. This complete microstructure characterization procedure allows parts manufacturers to get a better understanding of the microstructure and the behavior of the part in service.

With the work realized on the quantitative characterization of sinter-hardening, we interrogated ourselves on the possibility to modify the chemical composition of the powder and of the mixes formulation or the sintering parameters in order to expand the possible applications fields of sinter-hardened parts. Thus, the study of different powders mixes as well as the effect of tempering has been realized. The advantages to combine

the prealloying technology (in the liquid state) of some alloying elements with powder elemental addition (in the solid state) of nickel has been demonstrated and allow to maximize the sinter-hardening and mechanical properties of sintered parts. This heterogeneous microstructure seems to be the reason of the significant increase of the mechanical properties. The mechanical properties investigated are the apparent hardness, the impact energy and the tensile strength.

REMERCIEMENTS.....iv

RÉSUMÉ.....vi

ABSTRACT.....ix

TABLE DES MATIÈRES.....xii

LISTE DES FIGURES.....xviii

LISTE DES TABLEAUX.....xxix

INTRODUCTION.....1

Chapitre 1 - Revue de la littérature.....4

1.1 Trempabilité des aciers corroyés.....4

1.1.1 Essai Jominy.....10

1.1.2 Diagramme TTT.....13

1.1.3 Diagramme CCT.....18

1.2 Transformation martensitique.....21

1.3 Élaboration des pièces fabriquées par M/P.....24

1.3.1 Élaboration de la poudre (Procédé Domfer).....24

1.3.2 Pressage.....28

1.3.3 Frittage.....28

1.3.4 Autotrempabilité lors du refroidissement après frittage.....29

1.4 Trempabilité des pièces poreuses.....30
1.5 Paramètres pouvant influencer la trempabilité des pièces poreuses.....31
1.5.1 Éléments d'alliages.....31
1.5.2 Densité.....35
1.4.3 Taux de refroidissement.....36
1.4.4 Masse.....37
1.6 Propriétés mécaniques des pièces fabriqués par M/P.....38
1.6.1 Dureté apparente.....41
1.6.2 Ténacité.....42
1.6.3 Résistance à la traction.....44

Chapitre 2 - Procédures expérimentales.....45
2.1 Matériel utilisé.....45
2.2 Préparation des échantillons.....47
2.2.1 Échantillons utilisés pour caractériser la trempabilité en laboratoire.....47
2.2.2 Échantillons utilisés pour évaluer l'effet de la masse en industrie.....47
2.2.3 Échantillons utilisés pour évaluer les propriétés mécaniques.....48
2.3 Montage expérimental permettant l'évaluation de la trempabilité en laboratoire.....48
2.4 Caractérisation microstructurale.....49
2.4.1 Microscopie optique.....49
2.4.2 Microscopie électronique à balayage (MEB).....50
2.5 Caractérisation des paramètres stéréologiques.....51
2.5.1 Comptage de points.....51
2.5.2 Analyse d'images.....51
2.6 Caractérisation des propriétés mécaniques.....52

2.6.1 Dureté apparente.....53
2.6.2 Microdureté.....53
2.6.3 Ténacité.....53
2.6.4 Résistance à la traction.....54

Chapitre 3 – Effect of materials and process parameters on the microstructure and properties of sinter hardening alloys 55
3.1 INTRODUCTION.....56
3.2 Introduction.....58
3.3 Experimental procedures.....60
3.3.1 Materials.....60
3.3.2 Experimental apparatus used to determine the hardenability of sintered powders.....61
3.3.3 Microstructural characterization.....64
3.3.4 Hardness-microstructure-cooling rate diagrams.....64
3.4 Results and Discussion.....65
3.4.1 Experimental cooling curves.....65
3.4.2 Hardness vs cooling rate diagrams.....66
3.4.3 Microstructural observations.....71
3.4.4 Hardness-cooling rate-microstructure diagrams.....74
3.4.5 Internal sample cooling rate vs external cooling rate diagrams-the effect of density.....78
3.5 Conclusions.....81
3.6 Acknowledgments.....82
3.7 References.....82
3.8 CONCLUSION.....83

Chapitre 4 – Effect of mass/cross sectional thickness on sinter hardening of two prealloyed steels of different hardenability.....85

4.1 INTRODUCTION.....86

4.2 Introduction.....88

4.3 Experimental procedures.....90

4.3.1 Materials and sample geometry for production trials.....90

4.3.2 Production sintering furnaces and thermal profiles in the samples.....91

4.3.3 Microstructural characterization and hardness-mass-microstructure diagrams.....93

4.4 Results and Discussion.....95

4.4.1 Microstructural characterization.....95

4.4.2 Hardness-cooling rate-microstructure and hardness-mass-microstructure diagrams.....99

4.4.3 Hardness and microstructure profiles.....103

4.5 Conclusions.....109

4.6 Acknowledgments.....110

4.7 References.....110

4.8 Validation et approche industrielles.....111

4.8.1 Validation de la méthodologie développée en laboratoire dans un contexte industriel.....111

4.8.2 Approche industrielle.....111

4.9 CONCLUSION.....114

Chapitre 5 – Development of an automatic procedure based on microhardness to identify martensite, bainite and pearlite in sinter hardened parts....116

5.1 INTRODUCTION.....117

5.2 Introduction.....118

5.3 Experimental procedures.....119

5.3.1 Materials and sample preparation.....119
5.3.2 Image analysis.....120
5.3.3 Microhardness.....124
5.4 Results and Discussion.....125
5.4.1 Identification of the blacks islands from martensite by image analysis.....125
5.4.2 Automated microhardness measurements of the black islands.....133
5.4.3 Complete stereological characterization of sinter hardened parts.....136
5.5 Conclusions.....138
5.6 Acknowledgments.....138
5.7 References.....139
5.8 CONCLUSION.....140

Chapitre 6 – Sinter-Hardening and Hardenability.....141
6.1 INTRODUCTION.....142
6.2 Abstract.....144
6.3 Introduction.....145
6.4 Experimental procedures.....147
6.4.1 Materials and preparation of samples.....147
6.4.2 Experimental method to characterize the sinter-hardening.....148
6.4.3 Microstructure and apparent hardness characterization.....152
6.5 Results and Discussion.....155
6.5.1 Experimental cooling curves 155
6.5.2 Apparent hardness vs cooling rate diagrams.....158
6.5.3 Microstructural observations.....160

6.5.4 Apparent hardness-cooling rate-microstructure diagrams....166
6.5.5 Expression to evaluate the apparent hardness as a function of cooling rate and density....167
6.5.6 Effect of cooling rate....168
6.5.7 Effect of density....170
6.5.8 Regrouping of the equations....172
6.5.9 Part design and sintering process optimization...173
6.6 Conclusions....178
6.7 References....179
6.8 Acknowledgments....180
6.9 Effet du pourcentage de carbone....181
6.10 CONCLUSION....184

Chapitre 7 – Propriétés mécaniques des pièces fabriquées par métallurgie des poudres....186
7.1 INTRODUCTION....186
7.2 Effet de la température de frittage pour les deux poudres de base....186
7.3 Effet de la densité....197
7.4 Effet du revenu....200
7.5 Effet du cuivre....204
7.6 Effet du nickel....207
7.7 CONCLUSION....214

CONCLUSION....217

RÉFÉRENCES....223

LISTE DES FIGURES

Numéro *Page*

Figure 1.1 : Effet de la teneur en carbone de l'acier sur la dureté de la martensite (Baïlon *et al.*, 1986).....4

Figure 1.2 a) : Effet de la teneur en carbone et de la taille des grains austénitiques sur le diamètre critique idéal d'un acier 6

Figure 1.2 b) : Facteurs multiplicatifs de certains éléments d'addition (Grossmann, 1942).....6

Figure 1.3 : Appareil Jominy permettant l'évaluation de la trempabilité (James, 1998)...10

Figure 1.4 : Courbe de trempabilité Jominy obtenue à partir des mesures de dureté réalisées le long de l'éprouvette cylindrique (James, 1998).....11

Figure 1.5 : Exemples de courbes de trempabilité Jominy d'aciers de trempabilité élevée (courbe x) et moyenne (courbe y) (Van Der Voort, 1991).....12

Figure 1.6 : Exemple de construction d'un diagramme TTT avec en superposition les résultats d'un essai isotherme à 371°C (700°F) (Van Der Voort, 1991)..14

Figure 1.7 a) : Diagramme TTT d'un acier AISI 1045 (Van Der Voort, 1991).....16

Figure 1.7 b) : Diagramme TTT d'un acier AISI 4340 (Van Der Voort, 1991).....16

Figure 1.8 a) : Diagramme TRC d'un acier AISI 1040 (Van Der Voort, 1991).....19

Figure 1.8 b) : Diagramme TRC d'un acier AISI 4140 (Van Der Voort, 1991).....19

Figure 1.9 : Superposition des diagrammes TRC et TTT d'un acier AISI 4140 avec les données d'un essai de trempabilité Jominy (Van Der Voort, 1991).....20

Figure 1.10 : Diagramme TRC d'un acier AISI 4140 (Van Der Voort, 1991).....21

Figure 1.11 : Origine de la maille quadratique centrée de la martensite selon Bain. Les sites interstitiels des atomes de carbone sont représentés par des croix (Bain, 1924 et Porter, 1992).....22

Figure 1.12 : Schéma du procédé Domfer (ASM, 1984).....25

Figure 1.13 : Équilibre métal/oxyde dans l'hydrogène (German, 1994).....32

Figure 1.14 a) : Diagramme TTT d'un acier AISI 1060 (Van Der Voort, 1991).....34

Figure 1.14 b) : Diagramme TTT d'un acier AISI 4068 (Van Der Voort, 1991).....34

Figure 1.15 : Effet de la densité sur la conductivité thermique d'un acier fritté FL-4605 (Skena, 1997).....36

Figure 1.16 : Profil thermique de deux pièces de masses différentes. La courbe hachurée représente le profil thermique de la petite pièce (91 g) et la courbe avec des points est le profil thermique de la grosse pièce (763 g) (Davala *et al.*, 1997).....38

Figure 1.17 : Définition de la nomenclature utilisée par MPIF pour désigner les différents acier autotrempants (MPIF Standard 35, 1994).....40

Figure 3.1 : Experimental apparatus used to evaluate sinter-hardenability 61

Figure 3.2 : Dimensions of the samples. The position of the thermocouples is also shown 61

Figure 3.3 : Typical experimental cooling curves of MP55 (6.6 g/cm^3) obtained in this work 66

Figure 3.4 : Hardness of MP52 as a function of cooling rate from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) for three densities (6.6, 6.8 and 7.1 g/cm^3) 68

Figure 3.5 : Hardness of MP55 as a function of cooling rate from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) for three densities (6.6, 6.9 and 7.1 g/cm^3) 69

Figure 3.6 : Hardness of MP56 as a function of cooling rate from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) for three densities (6.6, 7.0 and 7.1 g/cm^3) 70

Figure 3.7 a) : Optical micrograph of MP52 (6.6 g/cm^3) cooled at a rate of 10°C/min showing martensite (white phase) and bainite (darker phase)..72

Figure 3.7 b) : Optical micrograph of MP55 (6.6 g/cm^3) cooled at a rate of 10°C/min. The amount of martensite is increased compared to figure 3.7 a) (from 39 % to 60 %) 72

Figure 3.7 c) : Optical micrograph of MP56 (6.6 g/cm^3) cooled at a rate of 10.5°C/min. The amount of martensite is now 70 %. 72

Figure 3.8 : Secondary scanning electron micrograph of fine pearlite of MP52 alloy (6.6 g/cm^3) cooled at a rate of 5°C/min 73

Figure 3.9 : Secondary scanning electron micrograph of bainite of MP52 alloy (6.6 g/cm^3) cooled at a rate of 10°C/min 73

Figure 3.10 a) : Optical micrograph of MP55 (6.9 g/cm^3) cooled at a rate of 6°C/min showing martensite (white phase) and bainite (darker phase). The amount of martensite is 39 % 76

Figure 3.10 b) : Optical micrograph of MP55 (6.9 g/cm^3) cooled at a rate of 8.5°C/min. The amount of martensite is now 53 % 76

Figure 3.10 c) : Optical micrograph of MP55 (6.9 g/cm^3) cooled at a rate of 10.5°C/min. The amount of martensite is 65 % 76

Figure 3.11 : Diagrams showing the hardness and the microstructure of MP52 sintered parts as a function of cooling rate (measured in the samples).....77

Figure 3.12 : Diagrams showing the hardness and the microstructure of MP55 sintered parts as a function of cooling rate (measured in the samples).....77

Figure 3.13 : Diagrams showing the hardness and the microstructure of MP56 sintered parts as a function of cooling rate (measured in the samples).....78

Figure 3.14 : Diagrams showing the cooling rate measured in the sample as a function of the external cooling rate of sintered parts of MP55 80

Figure 4.1 : Sample set-up for the tests at Metal Powder Products (MPP) 93

Figure 4.2 a) : Optical micrograph of slugs of MP55 of increasing mass from 139 g (Figure 4.2 a)) to 1700 g (Figure 4.2 d)).
a) 139 g MP55 slug (81 % martensite).....97

Figure 4.2 b) : Optical micrograph of slugs of MP55 of increasing mass from 139 g (Figure 4.2 a)) to 1700 g (Figure 4.2 d)).
b) 750 g MP55 slug (78 % martensite).....97

Figure 4.2 c) : Optical micrograph of slugs of MP55 of increasing mass from 139 g (Figure 4.2 a)) to 1700 g (Figure 4.2 d)).
c) 1250 g MP55 slug (77 % martensite).....97

Figure 4.2 a) : Optical micrograph of slugs of MP55 of increasing mass from 139 g (Figure 4.2 a)) to 1700 g (Figure 4.2 d)). d) 1700 g MP55 slug (83 % martensite).....97

Figure 4.3 : Optical micrograph of a 139 g MP52 slug (6.8 g/cm^3) cooled at a rate of ≅ 30 °C/min.....98

Figure 4.4 a) : Hardness-cooling rate-microstructure diagram for samples of MP55 cooled at rates ≥ 27°C/min (≥ 49 °F/min) after sintering in production furnaces 101

Figure 4.4 b) : Comparison of the results from previous studies obtained in the laboratory to the results obtained in the current study with various production furnaces 101

Figure 4.5 : Hardness-mass-microstructure diagram for MP55 slugs of increasing mass (139 g to 1700 g) cooled at a rate of ≅ 30 °C/min (≅ 55 °F/min).....102

Figure 4.6 : Longitudinal and radial hardness profiles for parts of MP55 of increasing mass (139 g to 1250 g) 106

Figure 4.7 : Longitudinal and radial hardness profiles for 1700 g parts of MP55 cooled in a production furnace (MPP) and in a vacuum pressure quench furnace (VPQF) 107

Figure 4.8 : Schematic diagram showing the effect of mass and density on cooling rate in the middle of parts 108

Figure 5.1 : Typical routine used in this work. The operations are explained in Table 5.2.....121

Figure 5.2 : Stage pattern window 122

Figure 5.3 a) : Typical image of the microstructure of a MP55HD sinter-hardened part.....126

Figure 5.3 b) : Modified image after the delineate operation 126

Figure 5.4 : Threshold dialog box with the gray level histogram 128

Figure 5.5 : Modified image after the thresholding operation 128

Figure 5.6 : Modified image after the closing and fill binary operations for bitplane 5 (black islands) 129

Figure 5.7 : Modified image after the chordsize instruction applied to bitplane 5.....129

Figure 5.8 : Modified image after the OR instruction was applied to bitplanes 1 and 8.....130

Figure 5.9 : Modified image after the AND and XOR instructions 131

Figure 5.10 : Results window showing the stereological measurements carried out on each phase before the microhardness measurements.....132

Figure 5.11 : Data browser window showing the X and Y centroids 132

Figure 5.12 : Microhardness indentations made on the black island no. 1 in figure 5.3 a).....134

Figure 5.13 : Microhardness indentations made on the black island no. 2 in figure 5.3 a).....134

Figure 5.14 a) : SEM micrograph of the microhardness indentation of the black island identified as 1 in figure 5.3 a) 135

Figure 5.14 b) : Higher SEM micrograph of area 1 in figure 5.14 a) showing bainite...135

Figure 5.15 a) : SEM micrograph of the microhardness indentation of the black island identified as 2 in figure 5.3 a) 135

Figure 5.15 b) : Higher SEM micrograph of area 1 in figure 5.15 a) showing pearlite...135

Figure 5.16 : Final image after the identification of the black islands 137

Figure 5.17 : Results window showing the histogram of the different microconstituents.....137

Figure 6.1 : Experimental apparatus developed to characterize the sinter-hardening (see figures 6.2 a) and 6.2 b) for details of the sample geometry).....149

Figure 6.2 a) : Longitudinal view of the sample used to characterize the sinter-hardening showing the position of the thermocouples along the sample.....150

Figure 6.2 b) : Cross sectional view of the sample showing the dimensions of the different components 150

Figure 6.3 : Chart showing the procedure for the complete characterization of the chemistry and stereological parameters of all microconstituents.....153

Figure 6.4 a) : Typical experimental cooling curves of MP55 (6.6 g/cm^3) obtained in this work 156

Figure 6.4 b) : Typical experimental cooling curves obtained by placing the sample at different locations along the quartz tube or by increasing the flow of nitrogen.....157

Figure 6.4 c) : Cooling rates as a function of temperature for a typical cooling curve...157

Figure 6.5 : Apparent hardness of MP55 as a function of cooling rate in the

temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F)
for three densities (6.6, 6.9 and 7.1 g/cm^3) 159

Figure 6.6 : Optical micrograph of a) martensite (X 500), b) black islands of bainite (X 750) (see figure 6.8 a) for higher magnification) and c) black islands of pearlite (X 750) (see figure 6.8 b) for higher magnification).....162

Figure 6.7 : SEM micrograph of a) martensite (X 500), b) bainite (X 750) (see figure 6.8 a) for higher magnification) and c) pearlite (X 750) (see figure 6.8 b) for higher magnification).....163

Figure 6.8 a): Higher magnification of the bainite particle in figure 6.7 b) (X 3000)....164

Figure 6.8 b): Higher magnification of the pearlite particle in figure 6.7 c) (X 3000)...164

Figure 6.9 : Apparent hardness-cooling rate-microstructure diagrams from samples of MP55 pressed to three densities.....167

Figure 6.10 : Fitted exponential curves for the apparent hardness vs cooling rate diagram for the MP55 powder pressed to three different densities.....169

Figure 6.11 : Diagram showing the apparent hardness of MP55 Water-Quenched samples as a function of density 171

Figure 6.12 a) : Process optimization when the apparent hardness and density are specified 176

Figure 6.12 b) : Process optimization when the cooling rate of the furnace is fixed and the apparent hardness or the density of the part is specified 177

Figure 6.13 : Effet du pourcentage de carbone sur la dureté apparente d'échantillons de MP55 trempés à l'eau et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3.....182

Figure 7.1 : Histogrammes de a) dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction pour deux températures de frittage réalisés sur des mélanges de poudres autotrempés et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 188

Figure 7.2 : Histogrammes de a) dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction pour deux températures de frittage réalisés sur des mélanges de poudres autotrempés, revenus et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 189

Figure 7.3 : Histogrammes de a) dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction pour deux températures de frittage réalisés sur des mélanges de poudres autotrempés et pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 190

Figure 7.4 : Histogrammes de a) dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction pour deux températures de frittage réalisés sur des mélanges de poudres autotrempés, revenus et pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 191

Figure 7.5 : Comparaison des résultats a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction des figures 7.1 (échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3) et 7.3 (échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3) pour montrer l'effet de la densité d'échantillons autotrempés 198

Figure 7.6 : Comparaison des résultats a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction des figures 7.2 (échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3) et 7.4 (échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3) pour montrer l'effet de la densité d'échantillons autotrempés et revenus.....199

Figure 7.7 : Comparaison des résultats a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction des figures 7.1 (échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 autotrempés) et 7.2 (échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 autotrempés et revenus) pour montrer l'effet du revenu.....202

Figure 7.8 : Comparaison des résultats a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction des figures 7.3 (échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 autotrempés) et 7.4 (échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 autotrempés et revenus) pour montrer l'effet du revenu.....203

Figure 7.9 : Effet du cuivre et du carbone sur la résistance à la rupture de la poudre 737SH (Baran *et al.*, 1999).....205

Figure 7.10 : Histogrammes a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de la résistance à la traction en fonction de la teneur en cuivre réalisés sur des mélanges de poudres de MP55 pressés à une densité de 6.8 g/cm^3.....206

Figure 7.11 : Histogrammes a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de la résistance à la traction en fonction de la teneur en nickel réalisés sur des mélanges de poudres de MP52 et MP55 pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 208

Figure 7.12 : Micrographies optiques de la microstructure de mélanges de poudres autotrempés et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3
a) Mélange de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C
b) Mélange de poudres MP55 avec 4 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C
(Julien *et al.*, 2000) 210

Figure 7.13 : Micrographies optiques de la microstructure de mélanges de poudres autotrempés et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3
a) Mélange de poudres MP52 avec 3.5 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C
b) Mélange de poudres MP55 avec 4 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C
(Julien *et al.*, 2000) 210

LISTE DES TABLEAUX

Numéro *Page*

Tableau 1.1 : Facteurs de trempabilité des poudres autotrempantes MP52, MP55 et MP56 de Domfer en plus des poudres autotrempantes 4701 (des Poudres Métalliques du Québec) et 737SH (de Hoeganaes) selon certains chercheurs sans tenir compte du diamètre critique idéal.....8

Tableau 1.2 : Facteurs multiplicatifs des éléments d'addition selon certains chercheurs...9

Tableau 1.3 : Tableau de la composition chimique des aciers autotrempants fabriqués par M/P (MPIF Standard 35, 1994).....40

Tableau 1.4 : Valeurs des propriétés mécaniques d'un acier fritté FLC-4608 (MPIF Standard 35, 1994).....41

Tableau 1.5 : Propriétés mécaniques obtenues par certains chercheurs en comparaison avec les valeurs de MPIF.....43

Tableau 2.1 : Niveaux d'éléments d'alliage des poudres autotrempantes étudiées.....45

Tableau 2.2 : Mélanges réalisés à partir des poudres MP52 et MP55 afin de caractériser les propriétés mécaniques.....46

Tableau 3.1 : Sintered compositions obtained for three base powders investigated in this work.....60

Tableau 3.2 : Cooling rates measured in samples of MP52, MP55 and MP56 alloys

used to determine their sinter-hardenability. Cooling rates were measured for three density levels.....67

Tableau 3.3 : Results of the stereological measurements obtained for the MP52, MP55 and MP56 alloys pressed at three densities and cooled at different rates.....75

Tableau 4.1 : Sintered compositions obtained for MP52 and MP55 powders investigated in this work 90

Tableau 4.2 : Slugs characteristics of MP52 and MP55 powders 91

Tableau 4.3 : Hardness, cooling rate and stereological measurements.....98

Tableau 4.4 : Cooling rate measured with a Vacuum Pressure Quench Furnace.....108

Tableau 5.1 : Sintered composition of the MP55HD powder.....120

Tableau 5.2 : List and explanation of the different operations used in a typical routine.....123

Tableau 5.3 : List and explanation of the different functions and symbols used in the stage pattern window.....124

Tableau 5.4 : Complete stereological measurements made on the field of interest as well as the results of the first step of characterization.....136

Tableau 6.1 : Composition of the samples after sintering.....148

Tableau 6.2 : Results of the stereological measurements obtained for the MP52 alloy pressed at three densities and cooled at different rates. The cooling rate given was measured in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) (See text for details).....161

Tableau 6.3 : Comparison of the apparent hardness measured with the Wilson Rockwell hardness tester versus the apparent hardness calculated from equation 6.6.....173

Tableau 6.4 : Comparaison de la dureté apparente mesurée avec l'appareil de dureté versus la dureté apparente calculée à partir de l'équation 6.6 et à partir de l'équation 6.8.....183

Tableau 7.1 : Valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction obtenues pour les mélanges de poudres autotrempés.....192

Tableau 7.2 : Valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction obtenues pour les mélanges de poudres autotrempés et revenus.....193

Tableau 7.3 : Propriétés mécaniques obtenues dans ce travail pour des mélanges de poudres MP52 et MP55 pré-alliées sans nickel ajouté comme poudre élémentaire en comparaison avec les valeurs obtenues par certains chercheurs et des standards de MPIF.....196

Tableau 7.4 : Propriétés mécaniques obtenues dans ce travail pour des mélanges de poudres MP52 et MP55 pré-alliées contenant du nickel ajouté comme poudre élémentaire en comparaison avec les valeurs obtenues par certains chercheurs et des standards de MPIF.....213

INTRODUCTION

Lors des dernières décennies, les industries se sont orientées vers la métallurgie des poudres (M/P) afin d'obtenir des pièces aux propriétés mécaniques optimales, et ce, à faible coût de production. L'autotrempabilité après frittage, qui se définit comme étant un procédé permettant d'obtenir une structure entièrement martensitique grâce au refroidissement relativement rapide des pièces lors du cycle de frittage, est un procédé pour atteindre ces objectifs. Ce procédé permet aux fabricants de pièces d'obtenir une structure martensitique après le traitement de frittage sans la nécessité d'effectuer une opération additionnelle telle une trempe. La trempe à l'huile peut particulièrement générer des problèmes spécifiques lorsqu'un traitement de revenu est requis, spécialement à hautes températures. En fait, l'huile est profondément absorbée dans les porosités de la pièce par un effet de succion lors du refroidissement. Ces huiles, présentes en quantités significatives, vont sortir de la pièce lors de la montée de température et se vaporiseront, deviendront de la suie, s'oxyderont ou brûleront, causant de considérables problèmes environnementaux et de nettoyage. La trempe peut également causer des problèmes de distorsion des pièces. Avec le progrès réalisé dans le domaine des fours de frittage, il est donc maintenant possible de pouvoir réaliser le frittage et l'autotrempabilité des pièces dans une seule opération.

La connaissance de la trempabilité de la poudre utilisée devient alors critique, puisque c'est celle-ci qui fixe l'aptitude de la pièce à se transformer en martensite. Les besoins

actuels des fabricants de pièces autotrempantes d'avoir un outil de caractérisation de l'autotrempabilité nous ont poussé à développer une technique permettant l'évaluation de celle-ci. La connaissance de l'effet des variables du matériau (densité, composition chimique et masse) et du procédé de frittage (température de frittage et taux de refroidissement) est également primordiale afin d'avoir une bonne compréhension et un contrôle du procédé.

Le premier chapitre de ce mémoire est une revue de la littérature sur la trempabilité des aciers corroyés et des pièces poreuses fabriquées par métallurgie des poudres, la transformation martensitique ainsi que l'élaboration des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Les variables pouvant influencer la trempabilité des pièces poreuses ainsi que les propriétés mécaniques obtenues dans la littérature pour des mélanges de poudres autotrempants sont également présentées au chapitre 1. Le chapitre 2 porte sur les méthodes expérimentales concernant l'élaboration des échantillons et l'évaluation de l'autotrempabilité des pièces poreuses ainsi que les techniques utilisées afin de caractériser la microstructure et les propriétés mécaniques.

Les résultats du mémoire sont présentés sous forme de quatre articles et d'un dernier chapitre sur les propriétés mécaniques des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Le premier article (chapitre 3) traite de l'amélioration d'une technique d'évaluation de l'autotrempabilité en fonction du taux de refroidissement et de la densité des pièces pour trois mélanges de poudres autotrempantes différentes. Dans le deuxième article

(chapitre 4), l'effet de la masse de la pièce de deux alliages autotrempants est évalué et la technique d'évaluation de l'autotrempabilité développée en laboratoire est validée dans un contexte industriel. Cette validation industrielle tout comme le développement d'une approche industrielle permettant de caractériser le procédé d'autotrempabilité des fabricants de pièces à partir de pièces de géométrie simple (kit de trempabilité) sont également présentés dans le chapitre 4. Le troisième article (chapitre 5) traite du développement d'une procédure automatique de caractérisation pour distinguer les microconstituants des pièces autotrempantes. Cette technique intègre la microdureté et l'analyse d'images. Le quatrième article (chapitre 6) porte sur l'analyse des résultats du chapitre 3 afin d'obtenir une expression mathématique reliant la dureté apparente des pièces autotrempantes au taux de refroidissement, à la densité et au pourcentage de carbone de pièces fabriquées avec une des poudres (poudre autotrempante MP55 de Domfer). De plus, l'élaboration d'une procédure de caractérisation complète des paramètres stéréologiques (par analyse d'images) et de la chimie (par analyse EDS par microscopie électronique à balayage) de tous les microconstituants présents dans les pièces autotrempantes a été réalisée. Le chapitre 7 porte sur l'effet des paramètres expérimentaux (la température de frittage, la densité, l'ajout de nickel et de cuivre et le revenu) sur les propriétés mécaniques des pièces autotrempantes. Finalement, les principales contributions de ce travail sont mentionnées dans la conclusion.

1.1 Trempabilité des aciers corroyés

La trempabilité d'un acier est son aptitude à se transformer en martensite dans des conditions de refroidissement données après austénitisation. La trempabilité peut également être considérée comme la grosseur maximale d'une pièce pouvant être durcie jusqu'au centre. Il ne faut pas confondre dureté maximale et trempabilité : la dureté de la martensite, obtenue après trempe, n'est fonction que de la teneur en carbone de l'acier (voir figure 1.1), alors que la trempabilité dépend des éléments d'addition et de la taille des grains austénitiques (Baïlon *et al.*, 1986).

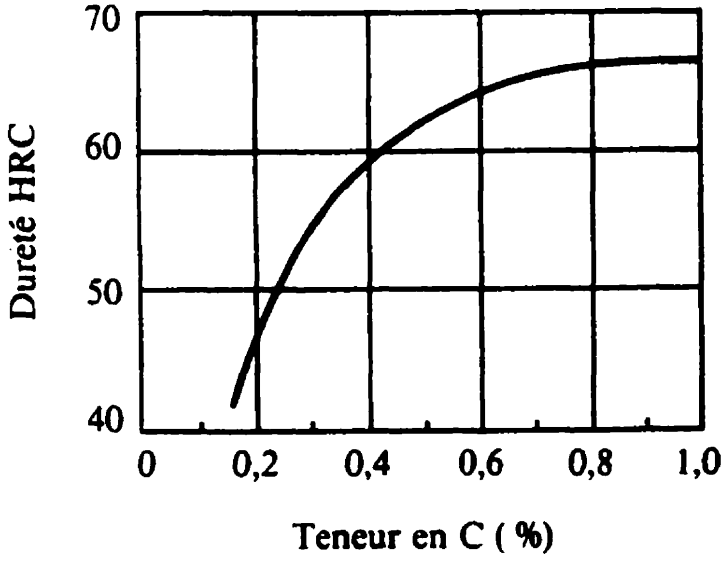


Figure 1.1 : Effet de la teneur en carbone de l'acier sur la dureté de la martensite (Baïlon *et al.*, 1986).

Puisque les transformations perlitique et bainitique se font aux joints de grains austénitiques, un acier à grains grossiers sera plus trempant qu'un acier à grains fins. La trempabilité des aciers au carbone est faible (ex : acier AISI 1045). La présence d'éléments d'addition permet par contre d'améliorer considérablement la trempabilité de l'acier pouvant aller jusqu'à la transformation martensitique complète avec un simple refroidissement à l'air (ex. : acier AISI 4340).

Grossmann (1942) a été un des premiers a développer une méthode de caractérisation de la trempabilité qui tenait compte de la composition chimique et de la taille des grains austénitiques. Le *diamètre critique* D_i, se définit comme le diamètre d'une barre cylindrique (trempée dans des conditions données) dont la structure au centre est composée de 50 % martensite. Puisque ce diamètre est relié à la sévérité du milieu de trempe, le *diamètre critique idéal* D_{ic} est celui qu'on obtiendrait dans un milieu de trempe de sévérité infinie. Dans un tel milieu, la surface de la pièce trempée atteindrait instantanément la température du bain de trempe. Les conditions de refroidissement de l'acier ne dépendent donc plus que de sa conductivité thermique. La *sévérité de trempe* H, selon Grossmann (1942) est égale à :

$$H = \frac{\alpha}{2\lambda}$$

où α : coefficient de transmission de la chaleur entre la pièce et le milieu de trempe,

λ : conductivité thermique du milieu de trempe

Grossmann (1942) admet alors que le diamètre critique idéal d'un acier est lié à sa teneur en carbone et sa taille de grain austénitique, ainsi qu'à une série de facteurs multiplicatifs qui tiennent compte de l'effet de chacun des éléments d'addition. Il développe une relation de la forme :

$$D_i = D_{ic} \text{ X } f_{Mn} \text{ X } f_{Ni} \text{ X } f_{Mo} \text{ X } \ldots \text{ X } f_x$$

où D_{ic} : diamètre critique idéal d'un alliage pur Fe-C qui aurait la même teneur en carbone que l'acier considéré et la même taille de grain austénitique,

f_x : facteur multiplicatif traduisant l'influence de l'élément d'addition X

Les figures 1.2 a) et b) présentent respectivement les valeurs de D_{ic} et des facteurs multiplicatifs selon Grossmann (1942).

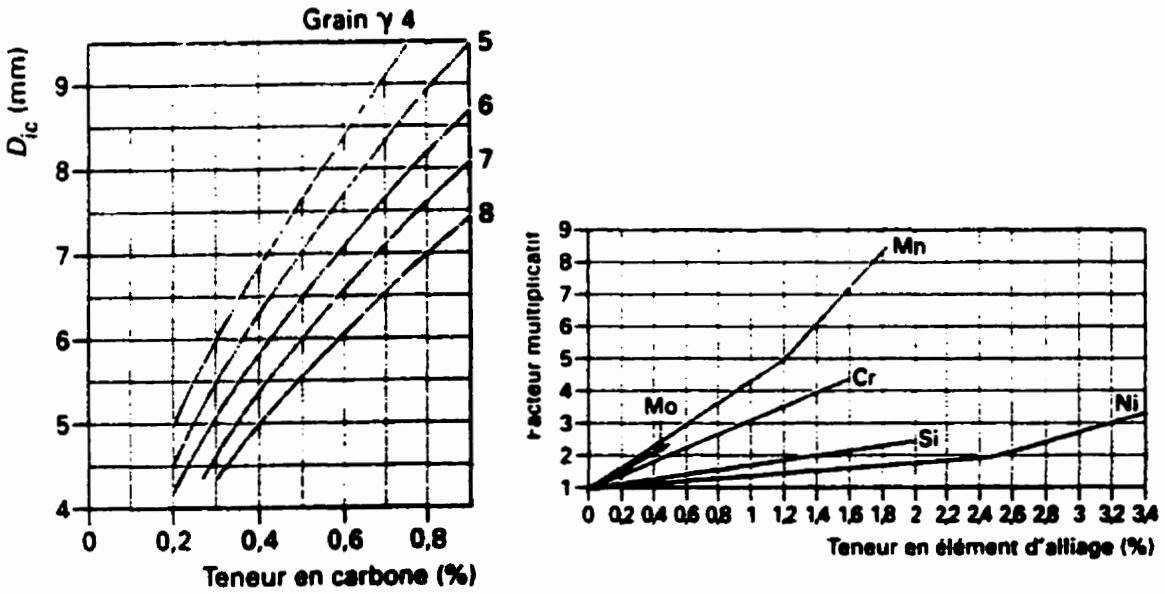


Figure 1.2 a) : Effet de la teneur en carbone et de la taille des grains austénitiques sur le diamètre critique idéal d'un acier.

b): Facteurs multiplicatifs de certains éléments d'addition (Grossmann, 1942).

Jatczak (1971), Moser et Legat (1969), Crafts et Lamont (1944), Austin *et al.* (1943) et Kramer *et al.* (1946) ont proposé de modifier les valeurs des paramètres qui permettent de calculer le diamètre critique idéal, généralement pour améliorer la concordance entre les résultats des calculs et les résultats expérimentaux correspondant à certains types d'aciers. Le tableau 1.1 présente les valeurs des facteurs de trempabilité des poudres autotrempantes MP52, MP55 et MP56 de Domfer en plus des poudres autotrempantes 4701 (des Poudres Métalliques du Québec) et 737SH (de Hoeganaes) selon certains de ces chercheurs sans tenir compte du diamètre critique idéal. Ces facteurs de trempabilité sont obtenus à l'aide des facteurs multiplicatifs des éléments d'addition (voir tableau 1.2) et sont donnés pour fins de comparaison. Il est intéressant de constater que les facteurs de trempabilité qui sont directement proportionnels aux facteurs multiplicatifs des éléments d'addition varient de façon significative en fonction des relations des différents chercheurs. Par exemple, la poudre 4701 (qui contient 0.45 % Cr) passe du premier rang selon Grossmann (22.8) au troisième rang selon Jatczak (4.8). Nous pouvons remarquer à partir du tableau 1.2 la valeur du facteur multiplicatif du chrome obtenue à partir des relations de Grossmann (1.9) et Jatczak (1.1) pour comprendre cette différence significative. Just (1969) a pour sa part développé une méthode d'estimation des courbes Jominy à partir de la composition en éléments d'addition, tandis que Blondeau *et al.* (1976) ont pour leur part créé une méthode de calcul des courbes HV(Δt) caractérisant à la fois la trempabilité et la capacité de durcissement de l'acier. Toutes les méthodes proposées ont un caractère empirique qui fait qu'elles sont utilisables avec certaines limites imposées par une variation possible de la composition chimique, de la grosseur

des grains de l'austénite et des conditions d'austénitisation. Les sous-sections suivantes contiennent la description de la méthode d'évaluation de la trempabilité la plus utilisée (l'essai Jominy), ainsi que des outils supplémentaires utiles pour la compréhension de l'effet des éléments d'addition sur la trempabilité des aciers : les diagrammes de transformation isothermes (diagramme I-T ou TTT) et les diagrammes de transformation en refroidissement continu (diagramme TRC).

Tableau 1.1 : Facteurs de trempabilité des poudres autotrempantes MP52, MP55 et MP56 de Domfer en plus des poudres autotrempantes 4701 (des Poudres Métalliques du Québec) et 737SH (de Hoeganaes) selon certains chercheurs sans tenir compte du diamètre critique idéal.

Poudre et composition	**Facteur de trempabilité selon les différents chercheurs**		
	(Grossmann, 1942)	**(Moser et Legat, 1969)**	**(Jatczak, 1971)**
MP52 0.44% Mn, 0.44% Ni et 0.68% Mo	7.1	4.7	3.2
MP55 0.5% Mn, 1.8% Ni et 0.73% Mo	13	8.3	4.5
MP56 0.5% Mn, 1.73% Ni et 0.97% Mo	15.5	9.9	5.3
737SH 0.42% Mn, 1.4% Ni et 1.25% Mo	15.4	10	5.6
4701 0.45% Mn, 0.9% Ni, 1% Mo et 0.45% Cr	22.8	10.9	4.8

Tableau 1.2 : Facteurs multiplicatifs des éléments d'addition selon certains chercheurs.

Poudre et composition	Facteur multiplicatif de l'élément X selon les différents chercheurs											
	(Grossmann, 1942)				(Moser et Legat, 1969)				(Jatczak, 1971)			
	Mn	Ni	Mo	Cr	Mn	Ni	Mo	Cr	Mn	Ni	Mo	Cr
MP52 0.44% Mn, 0.44% Ni et 0.68% Mo	2.5	1.2	2.7	---	1.6	1.2	2.5	---	1.3	1.1	2.3	---
MP55 0.5% Mn, 1.8% Ni et 0.73% Mo	2.7	1.7	2.8	---	1.7	1.9	2.6	---	1.3	1.4	2.4	---
MP56 0.5% Mn, 1.73% Ni et 0.97% Mo	2.7	1.7	3.4	---	1.7	1.9	3.2	---	1.3	1.4	2.9	---
737SH 0.42% Mn, 1.4% Ni et 1.25% Mo	2.4	1.6	4.1	---	1.5	1.7	3.8	---	1.2	1.3	3.5	---
4701 0.45% Mn, 0.9% Ni, 1% Mo et 0.45% Cr	2.5	1.3	3.5	1.9	1.6	1.4	3.2	1.5	1.3	1.2	3.0	1.1

1.1.1 Essai Jominy

La trempabilité des aciers corroyés peut être évaluée en effectuant l'essai Jominy conforme à la norme ASTM A255 (1989). Cet essai consiste à austénitiser une éprouvette cylindrique de 1 pouce (2.54 cm) et de 4 pouces (10.16 cm) de longueur qui est ensuite insérée dans un appareil où un jet d'eau à une pression normalisée en arrose l'extrémité (voir figure 1.3). Après refroidissement, on mesure la dureté de l'éprouvette parallèlement à son axe, à partir de l'extrémité trempée à des intervalles de 1/16 pouce (1.6 mm). Les données sont ensuite compilées pour l'obtention d'une courbe de trempabilité Jominy (voir figure 1.4).

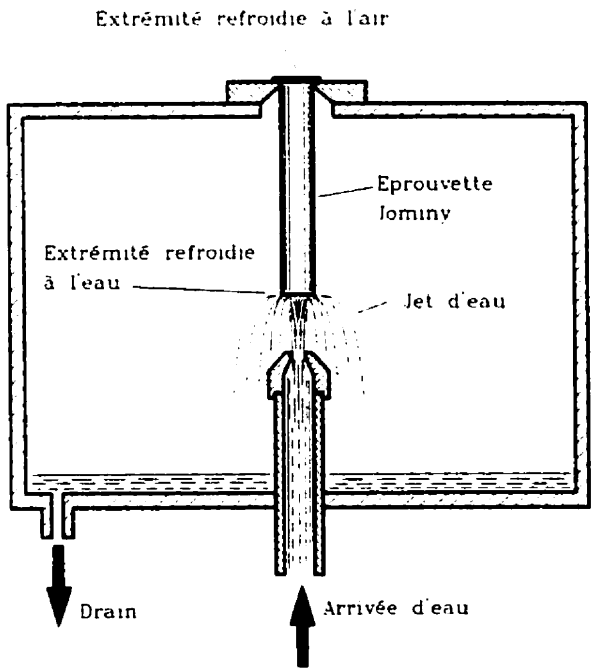


Figure 1.3 : Appareil Jominy permettant l'évaluation de la trempabilité (James, 1998).

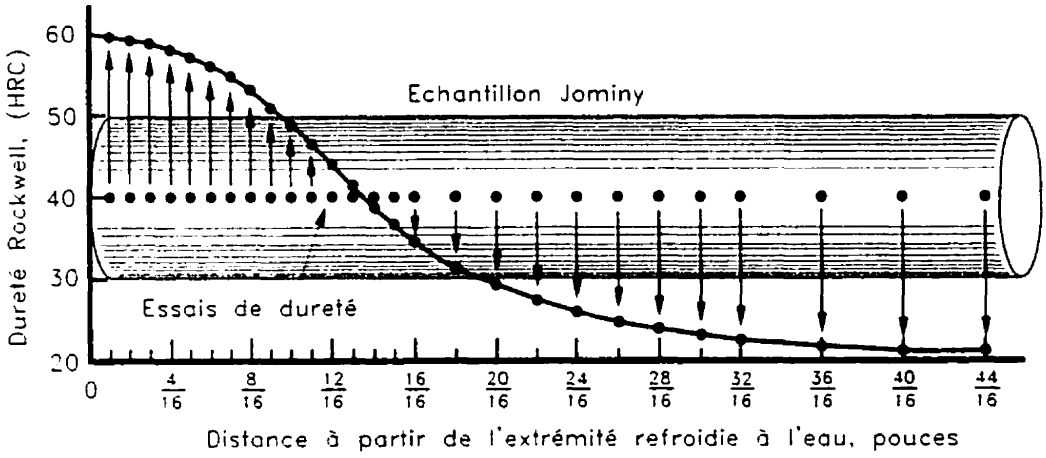


Figure 1.4 : Courbe de trempabilité Jominy obtenue à partir des mesures de dureté réalisées le long de l'éprouvette cylindrique (James, 1998).

L'extrémité de l'éprouvette cylindrique en contact avec le jet d'eau est soumise à un taux de refroidissement très élevé, tandis que l'autre extrémité refroidit lentement à l'air. Les régions comprises entre ces deux extrémités refroidissent à des taux intermédiaires. Afin de mieux comprendre le concept, la figure 1.5 présente deux courbes de trempabilité Jominy d'un acier très trempant (courbe x) et d'un acier d'une trempabilité moyenne (courbe y). La courbe x nous indique que la microstructure de cet acier est entièrement martensitique lorsqu'il est refroidi dans une gamme de taux possibles lors de cet essai. En d'autres termes, la microstructure de l'acier de la courbe x sera martensitique qu'il soit refroidi à l'eau ou à l'air. Par ailleurs, l'acier de la courbe y aura de la martensite seulement sur le premier 0.2 pouce. Ensuite, à l'intérieur des taux de refroidissement compris entre 0.2 et 0.4 pouce de l'extrémité trempée à l'eau, la microstructure sera

partiellement transformée en martensite avec un autre produit de transformation comme la bainite ou la perlite.

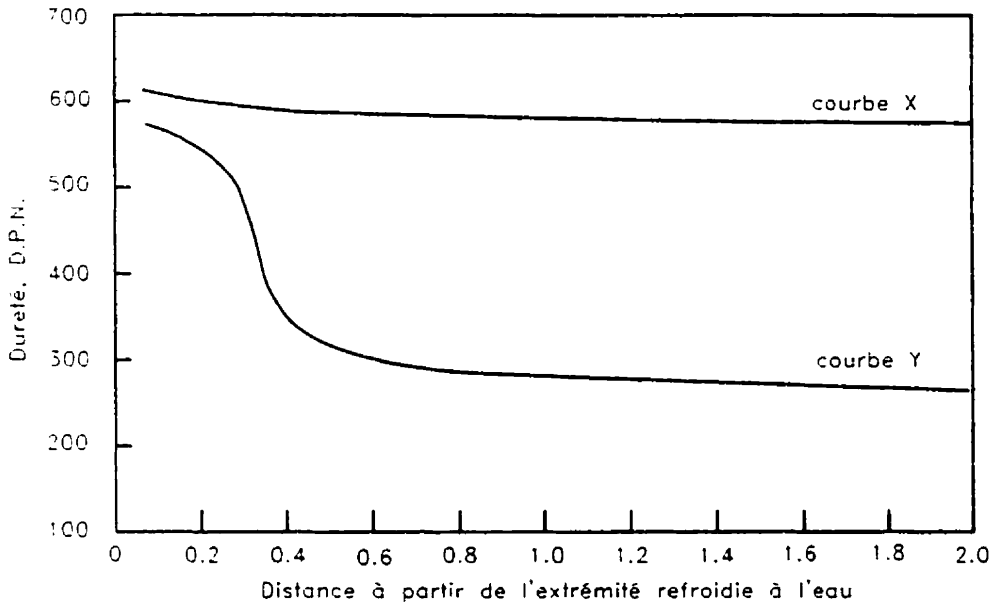


Figure 1.5 : Exemples de courbes de trempabilité Jominy d'aciers de trempabilité élevée (courbe x) et moyenne (courbe y) (Van Der Voort, 1991).

L'essai Jominy peut toutefois comporter certaines limitations, comme l'effet d'une micro ou macro-ségrégation qui entraîne d'appréciables différences au niveau de la trempabilité pour des échantillons prélevés à partir de la même billette d'acier. Cependant, cet essai demeure une méthode simple, rapide et peu coûteuse pour évaluer la trempabilité d'un acier et devient particulièrement utile à titre comparatif, au niveau de la trempabilité entre les matériaux et pour le contrôle des traitements thermiques de pièces en acier sous des conditions industrielles.

1.1.2 Diagramme de transformation isotherme (Diagramme TTT)

Les diagrammes de transformation isotherme ou diagramme TTT (temps, température et transformation) indiquent le temps nécessaire à une température donnée, pour que la transformation à l'équilibre ($\gamma \Rightarrow \alpha + Fe_3C$) s'amorce et se termine (Baïlon *et al.*, 1986). Les diagrammes TTT peuvent être définis comme étant une sorte de carte permettant de tracer le chemin à parcourir pour obtenir une microstructure désirée. La connaissance de la courbe TTT propre à un acier est une bonne façon de caractériser sa trempabilité. Ces diagrammes sont réalisés à partir de l'information tirée suite à de nombreux essais à des températures constantes différentes. L'acier est austénitisé et rapidement refroidi à la température de transformation choisie afin d'en étudier la cinétique de transformation. La figure 1.6 présente un diagramme TTT schématique avec en superposition les résultats d'un essai isotherme à 371°C (700°F).

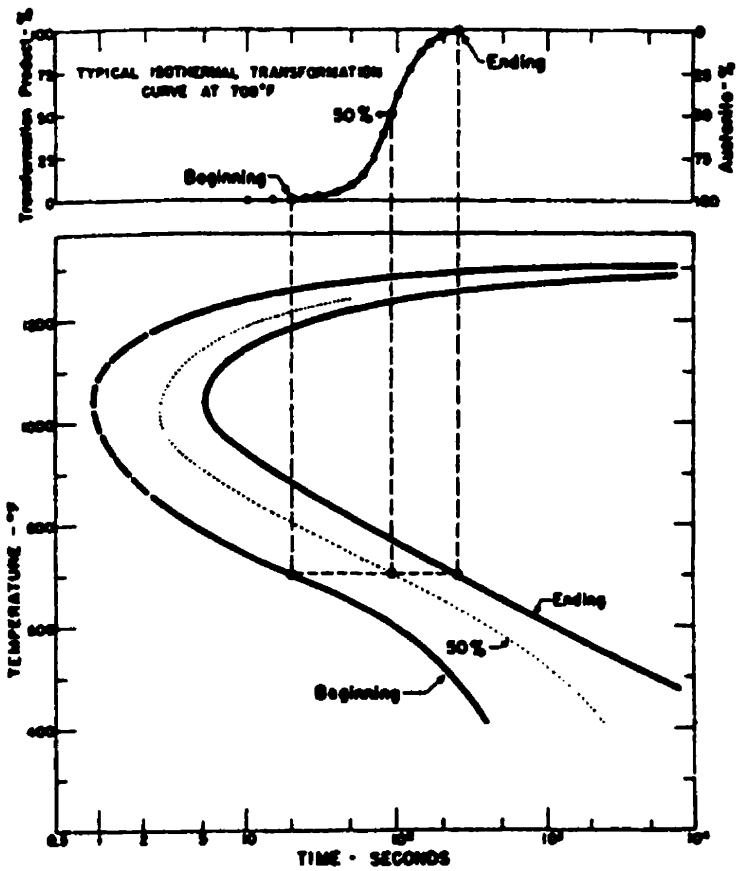


Figure 1.6 : Exemple de construction d'un diagramme TTT avec en superposition les résultats d'un essai isotherme à 371°C (700°F) (Van Der Voort, 1991).

La forme et la position par rapport à l'axe de temps de chaque courbe qui constitue le diagramme TTT dépendent de la composition et de la taille des grains d'austénite qui se transforment (Van Der Voort, 1991). L'interprétation de la trempabilité sur une courbe TTT est qu'un acier plus trempant aura le nez de la courbe repoussé vers la droite, donc vers des temps plus longs. La construction de ces diagrammes est uniforme avec une échelle linéaire de température en position verticale et une échelle logarithmique de

temps en position horizontale. Les figures 1.7 a) et b) montrent des exemples de diagrammes TTT d'aciers AISI 1045 et 4340 avec les différents domaines de transformation. Les températures A_s ("Austenite start") et A_f ("Austenite finish") représentées par des lignes horizontales dans le haut du diagramme correspondent aux limites inférieures et supérieures respectivement du seuil critique. La température A_s se définit comme la température maximale de revenu utilisée sans former de l'austénite dans l'acier considéré, tandis que A_f est la température maximale à laquelle une quantité de ferrite peut-être retrouvée dans un acier hypoeutectoïde. Dans les aciers eutectoïdes et hypereutectoïdes, la température A_f est légèrement supérieure à A_s, de sorte que, seule la température A_s est donnée.

Dans le bas de chaque diagramme, une ligne horizontale identifiée M_s, indique la température à laquelle la transformation martensitique commence. Les symboles M_{50} et M_{90} représentent les températures où il y a 50 % et 90 % respectivement de martensite transformée.

Les régions identifiées A qui se retrouvent au-dessus de A_f et à gauche des lignes de début de transformation représentent le domaine austénitique.

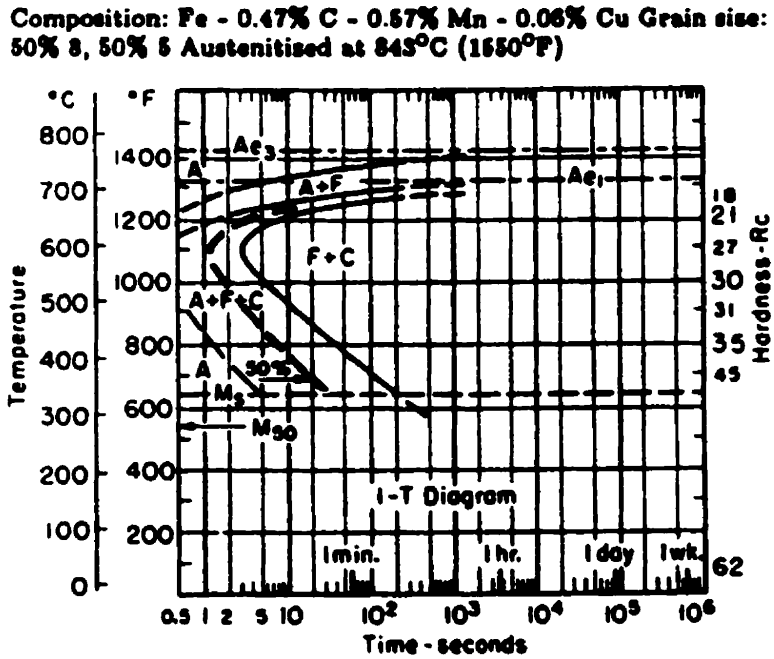


Figure 1.7 a) : Diagramme TTT d'un acier AISI 1045 (Van Der Voort, 1991).

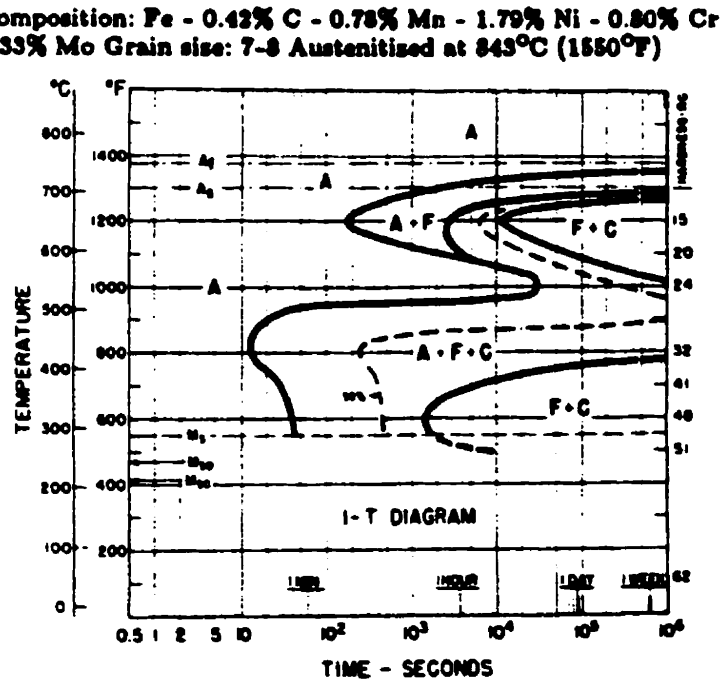


Figure 1.7 b) : Diagramme TTT d'un acier AISI 4340 (Van Der Voort, 1991).

La figure 1.7 montre également l'effet des éléments d'addition sur les courbes de transformation de deux aciers contenant environ 0.4 % de carbone. Les débuts de transformation (ou nez de la courbe) sont déplacés vers la droite et la forme de la courbe change. L'effet des éléments d'addition sur la trempabilité sera détaillé davantage dans une section ultérieure.

Finalement, à la droite de plusieurs de ces diagrammes, une échelle de dureté Rockwell (HRC) indique la dureté de l'acier après la transformation complète de l'austénite à la température isotherme donnée.

1.1.3 Diagramme de transformation en refroidissement continu (Diagramme TRC)

Le diagramme de transformation en refroidissement continu (diagramme TRC) décrit la cinétique de transformation que subit un acier austénitisé puis refroidi de façon continue jusqu'à la température ambiante. Ce type de diagramme est plus représentatif des conditions de refroidissement en continu qu'on retrouvent en industrie. Les figures 1.8 a) et b) montrent des exemples de diagrammes TRC d'aciers AISI 1040 et 4140 avec les différents domaines de transformation (Van Der Voort, 1991). Nous remarquons que les courbes de refroidissement typiques d'un essai Jominy en fonction de la distance de l'extrémité trempée sont également présentes dans ce diagramme.

Plusieurs méthodes de présentation des diagrammes TRC sont employées dans la littérature. Nous pouvons les retrouver sous la forme standard présentée à la figure 1.8 ou superposée avec les diagrammes TTT de manière à avoir le plus d'information possible en un seul diagramme (voir figure 1.9). La figure 1.10 montre une autre forme utilisée qui tient compte un peu plus des considérations pratiques (Van Der Voort, 1991). Cette forme est intéressante puisqu'elle présente également le diamètre nécessaire des tiges en fonction du milieu de trempe pour obtenir une microstructure donnée au centre de ces tiges.

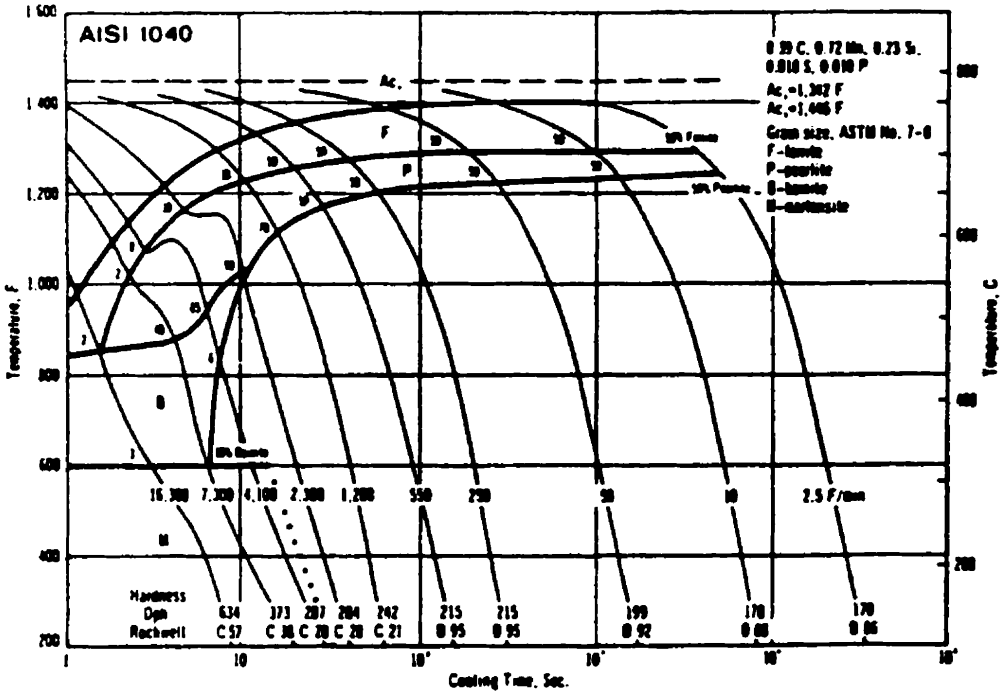


Figure 1.8 a) : Diagramme TRC d'un acier AISI 1040 (Van Der Voort, 1991).

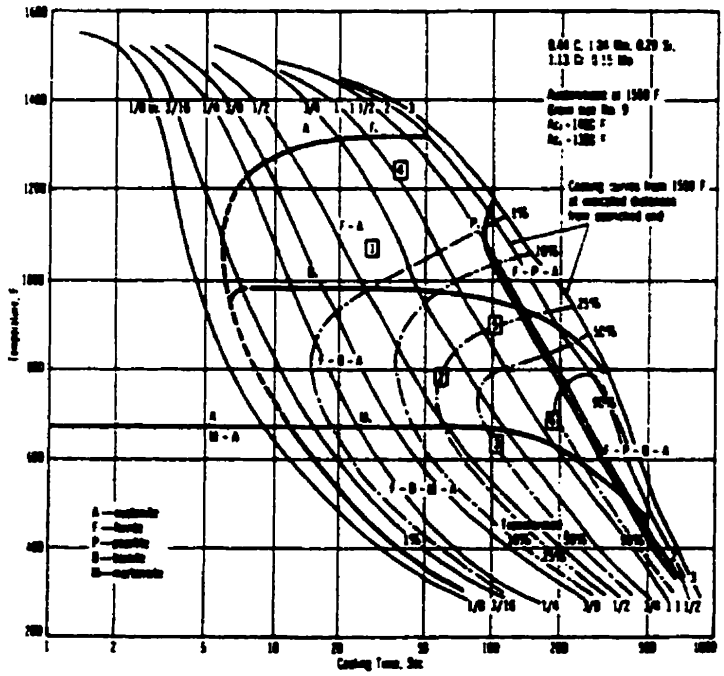


Figure 1.8 b) : Diagramme TRC d'un acier AISI 4140 (Van Der Voort, 1991).

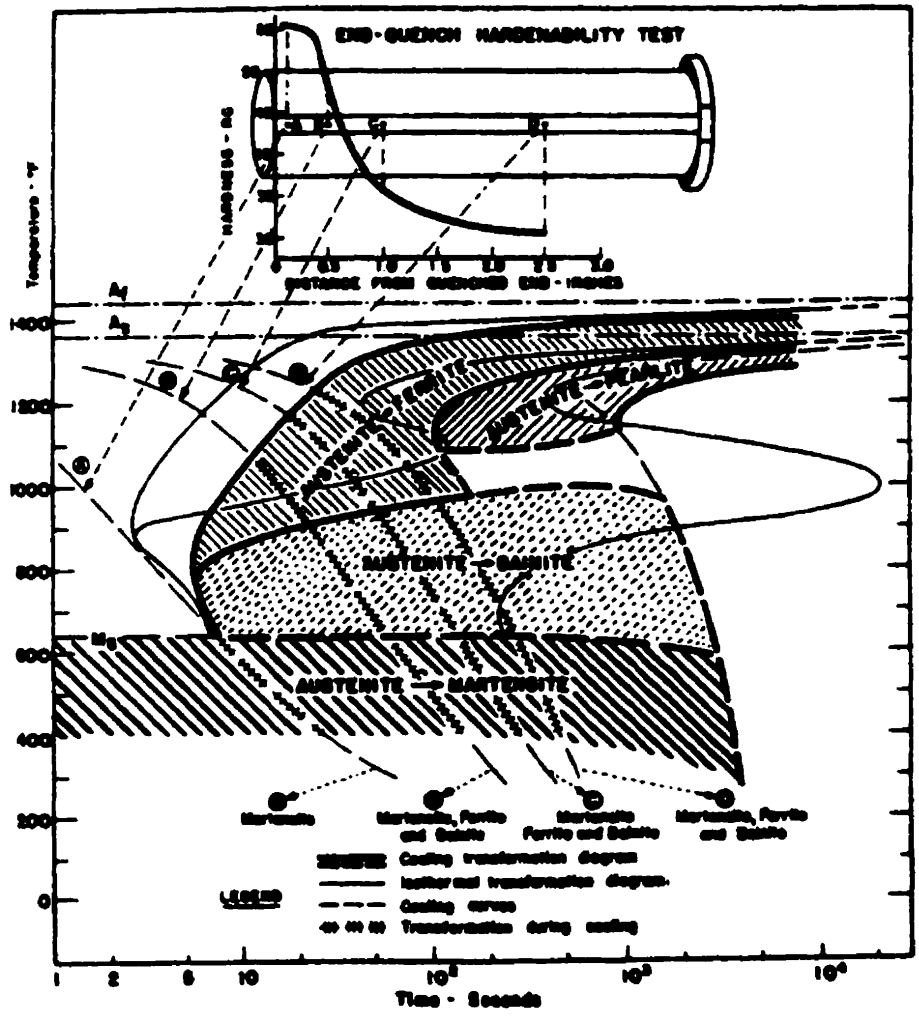


Figure 1.9 : Superposition des diagrammes TRC et TTT d'un acier AISI 4140 avec les données d'un essai de trempabilité Jominy (Van Der Voort, 1991).

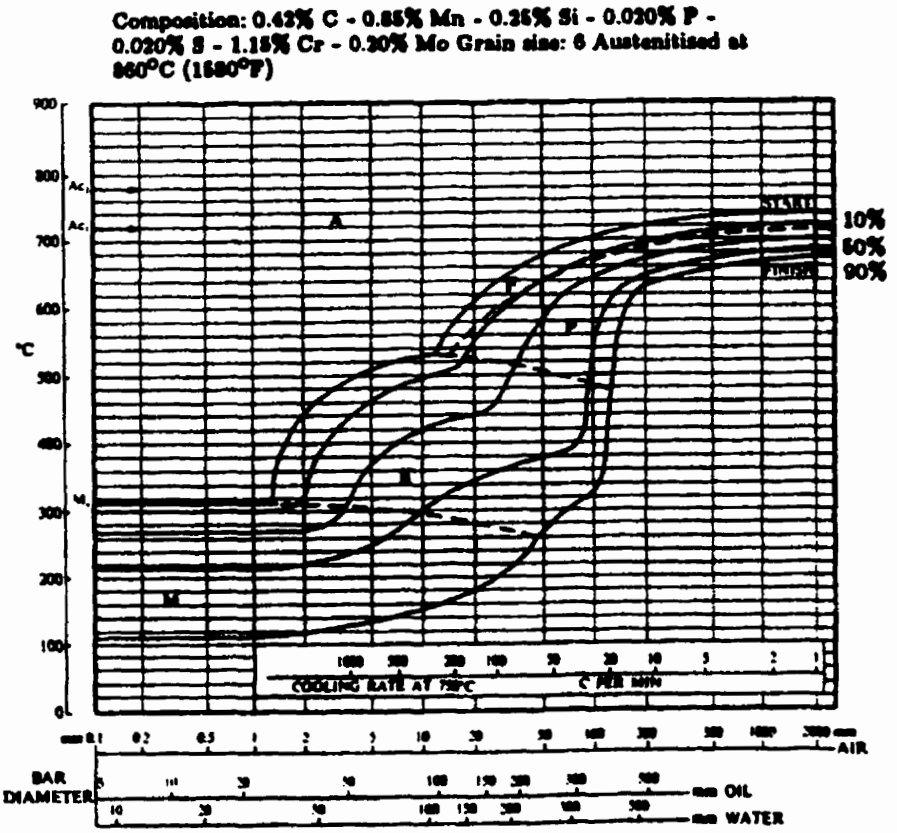


Figure 1.10 : Diagramme TRC d'un acier AISI 4140 (Van Der Voort, 1991).

1.2 Transformation martensitique

Contrairement à la transformation eutectoïde (transformation par germination et croissance), la transformation martensitique se produit sans diffusion, c'est-à-dire sans déplacement d'atomes sur de grandes distances. La vitesse de transformation est très rapide. C'est une transformation avec déformation homogène du réseau, constituée principalement par un cisaillement. La structure cristallographique passe de cubique à faces centrées (c.f.c.) à quadratique centrée. Cette transformation est allotropique, c'est-

à-dire qu'il n'y a aucun changement de composition. Le carbone n'a pas le temps de diffuser pour se répartir en deux phases de compositions différentes : la ferrite et la cémentite. La martensite peut être considérée comme de la ferrite tellement sursaturée en carbone que la présence des atomes de carbone crée une distorsion importante du réseau cubique centré (Baïlon *et al.*, 1986). Bain (1924) propose un modèle qui permet l'explication de l'origine de la formation de la maille quadratique centrée à partir de la maille cubique à face centrée (c.f.c.). Le modèle suppose une contraction d'environ 20 % selon l'axe z et une expansion d'environ 12 % selon les axes x et y (voir figure 1.11, Porter, 1992). La maille quadratique centrée est formée à l'intérieur de deux mailles c.f.c. Les sites interstitiels des atomes de carbone sont représentés par des croix.

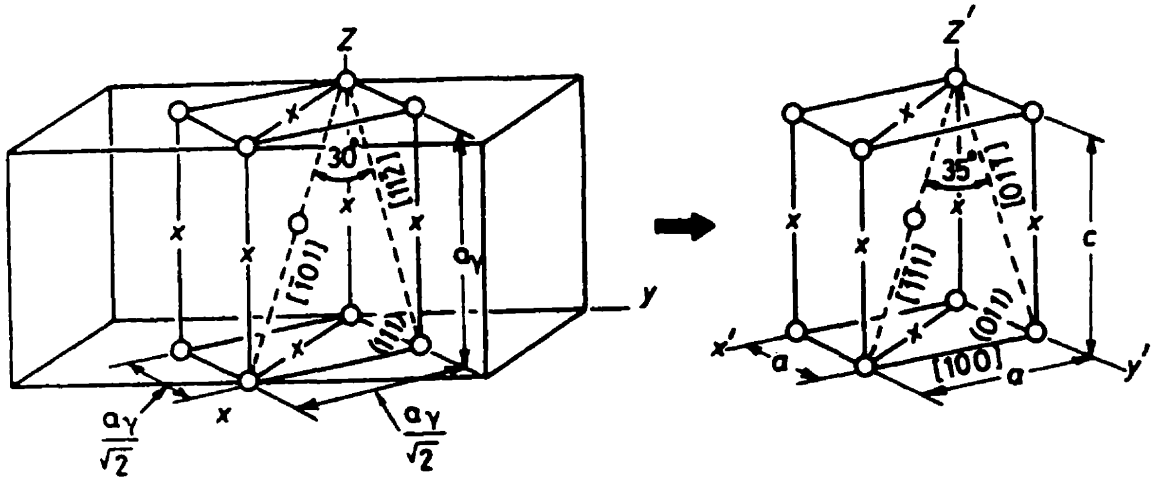


Figure 1.11 : Origine de la maille quadratique centrée de la martensite selon Bain. Les sites interstitiels des atomes de carbone sont représentés par des croix (Bain, 1924 et Porter, 1992).

La propriété la plus importante de la martensite est sa dureté. La martensite est très dure mais très fragile (Baïlon *et al.*, 1986). L'application d'un revenu à la martensite permet de retrouver une certaine ductilité qui permettra une meilleure tenue en service. Les éléments qui contribuent à cette dureté élevée sont :

- le carbone en solution solide d'insertion dans la martensite qui crée une distorsion importante du réseau;

- le mouvement de cisaillement des atomes de fer lors de la transformation laisse un grand nombre de défauts et de dislocations.

La transformation martensitique a lieu dans un domaine de températures bien défini. À la température décroissante, elle débute à M_s (« Martensite start ») et devient complète à M_f (« Martensite finish »). La figure 1.7 illustre le domaine de températures du début et de la fin de la transformation martensitique sur des diagrammes TTT d'acier. Si le refroidissement est interrompu, la transformation s'arrête aussi. Puisque la transformation martensitique n'en est pas une de germination et croissance, le facteur temps n'entre plus en jeu.

1.3 Élaboration des pièces fabriquées par M/P

Les sous-sections suivantes décrivent les principales étapes qui permettent la réalisation de pièces autotrempées par métallurgie des poudres. L'élaboration des pièces autotrempantes est séparée en quatre opérations :

- L'élaboration de la poudre;
- Le pressage;
- Le frittage;
- L'autotrempabilité lors du refroidissement après frittage.

1.3.1 Élaboration de la poudre (Procédé Domfer)

Plusieurs méthodes de mise en œuvre de poudres métalliques sont disponibles en pratique. La méthode mécanique tel le broyage ou les méthodes chimiques comme la réduction d'oxydes ou la voie électrolytique, en sont quelques exemples. Cependant, les méthodes physiques comme l'atomisation à l'eau, au gaz et par centrifugation demeurent les méthodes les plus exploitées. Le procédé Domfer utilise l'atomisation à l'eau pour élaborer la poudre. La figure 1.12 présente un schéma du procédé Domfer et les paragraphes qui suivent résument les principales étapes du procédé (ASM, 1984).

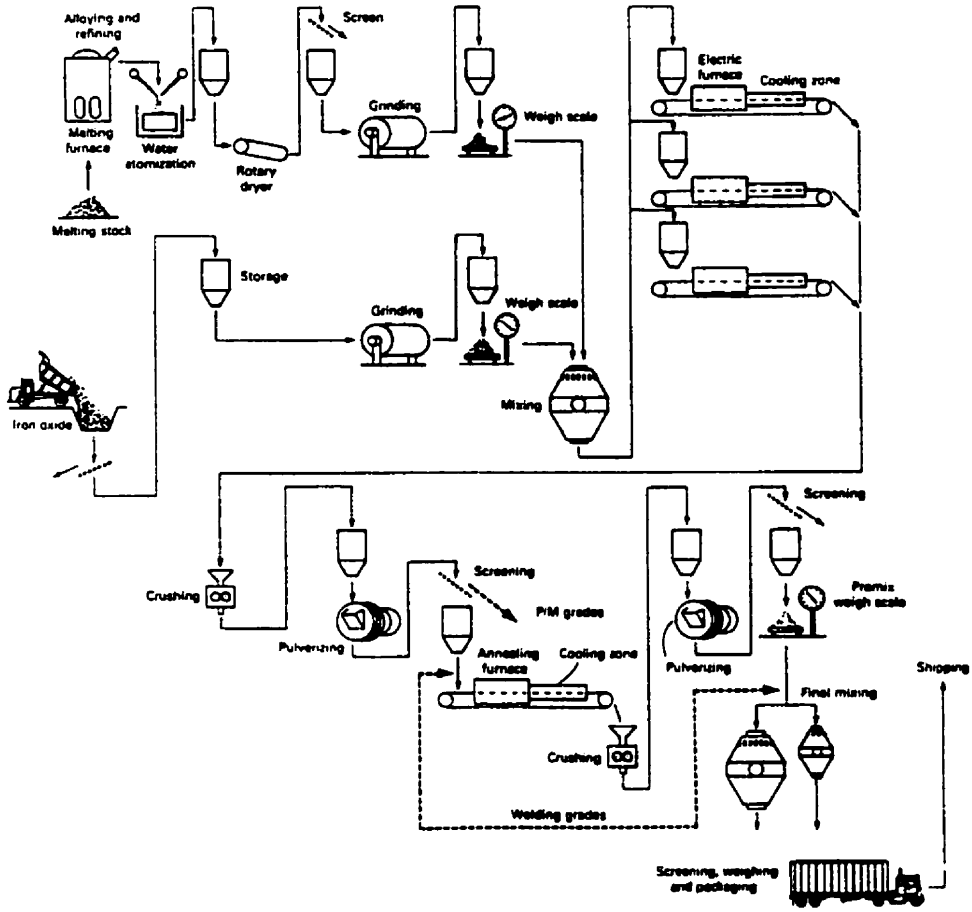


Figure 1.12 : Schéma du procédé Domfer (ASM, 1984).

L'élaboration de la fonte commence par le chargement d'un four à induction, d'une capacité de 14 tonnes, par des rebuts d'acier bas carbone. Pour compléter le chargement du four, on ajoute, lors de la fusion, du carbone sous forme de graphite de façon à obtenir 3.5 %C et former ainsi une fonte liquide qui servira à l'obtention de la grenaille. C'est lors de cette étape que les éléments d'addition (Mn, Ni, Mo, ...) sont ajoutés lorsqu'on veut obtenir des poudres préalliées comme les poudres MP52, MP55 et MP56 de Domfer

utilisées pour la fabrication de pièces autotrempantes. Après une heure de fusion à 1468°C (2700°F), la fonte liquide est vidée dans une poche où s'effectuera un écumage grossier. Cette poche est ensuite inclinée pour déverser son contenu dans une dalle qui acheminera le liquide vers un panier répartiteur où s'effectuera l'atomisation.

Chez Domfer, l'atomisation s'effectue par jets d'eau, et comparativement à d'autres entreprises de la métallurgie des poudres, les particules produites à cette étape ne sont pas considérées comme produit final, mais servent au reste du procédé. Muni de deux orifices, ce panier répartiteur permet à la fonte liquide de passer et d'entrer en contact avec des jets d'eau qui sont propulsés à des pressions qui peuvent atteindre à la sortie de la pompe 4.2 MPa (280 psi). Le refroidissement rapide dû à l'impact des jets d'eau solidifie le métal liquide pour former un granulé de fonte plus ou moins grossier et sphérique.

Le granulé de fonte ainsi produit est amené dans des cyclones pour éliminer l'eau résiduelle. Il est ensuite séché et emmené dans des broyeurs pour affiner sa taille et faciliter la décarburation. La grenaille ainsi obtenue est mélangée dans des proportions bien précises à de la calamine broyée, qui elle est formée essentiellement d'oxydes de fer tels FeO, Fe_3O_4 et Fe_2O_3. Ce mélange calamine/grenaille est ensuite déposé sur un tapis métallique qui transportera le mélange à travers un four électrique rectiligne. La vitesse du tapis est ajustée afin de permettre au carbone contenu dans la grenaille de réagir avec l'oxygène contenu dans la calamine dans le but de réduire entièrement les oxydes de fer.

C'est dans une atmosphère d'ammoniaque dissociée qu'ont lieu les réactions de décarburation et de réduction afin d'obtenir un gâteau de fer ultérieurement broyé pour devenir une poudre de fer.

Le gâteau obtenu à la sortie du four de décarburation subit un broyage et un tamisage afin d'obtenir la granulométrie désirée. La poudre ainsi obtenue est envoyée dans un four de recuit rectiligne, où la température est suffisamment haute (955°C ou 1750°F) pour faire disparaître le durcissement dû au travail mécanique de broyage. C'est dans une atmosphère d'ammoniaque dissociée que se produisent les autres réactions de réduction, qui diminueront davantage la teneur de l'oxygène et du carbone. À ce stade, la teneur en oxygène et en carbone passe de 0.9 % et 0.08 % à 0.4 % et 0.04 % respectivement. La poudre sort du four sous forme de gâteau mou qui sera ensuite broyé mais cette fois en évitant de durcir la poudre par consolidation. La sévérité du broyage est critique, car la poudre est prête à être expédiée ou à être mélangée avec d'autres additifs afin d'être expédiée aux clients. Il est donc important que la dureté de la poudre soit assez faible pour ne pas affecter la compressibilité.

1.3.2 Pressage

La seconde opération du procédé de fabrication de pièces par métallurgie des poudres est le pressage. Le pressage peut-être réalisé selon différentes méthodes (pressage uniaxe à chaud, pressage isostatique à chaud, ...) selon la géométrie des pièces. La méthode la plus utilisée est le pressage uniaxe à la température ambiante. À la sortie de la matrice, la pièce possède la forme et les dimensions presque finales et est suffisamment résistante pour être manipulée et transportée vers le four de frittage.

1.3.3 Frittage

La dernière étape du procédé de fabrication de pièces est le frittage. Le frittage est le traitement où un lien entre les particules est réalisé à hautes températures. Le frittage est généralement réalisé à une température de 1120°C (2050°F). Cependant, il peut également être effectué à plus hautes températures, 1290°C (2350°F). Le frittage aux hautes températures favorise l'arrondissement des pores et permet aux éléments d'addition ajoutés à la poudre élémentaire comme le Ni de mieux diffuser. Les résultats d'une étude de Chagnon et Trudel (1997) sur l'effet de la température de frittage démontrent que la dureté apparente, l'énergie d'impact, la résistance maximale à la traction augmentent avec une augmentation de la température de frittage. L'effet de la

température de frittage sur les propriétés mécaniques des pièces autotrempantes sera également discuté dans le chapitre 7.

1.3.4 Autotrempabilité lors du refroidissement après frittage

L'étape du refroidissement des pièces lors du frittage est cruciale afin d'obtenir une structure entièrement martensitique. Les fours de frittage conventionnels ne sont pas munis de systèmes de refroidissement par convection qui utilisent des mélanges de gaz et nécessitent une opération additionnelle afin d'obtenir le caractère autotrempant des pièces. Le procédé d'autotrempabilité offre maintenant la possibilité d'atteindre la trempabilité et les propriétés mécaniques désirées et ce, sans la nécessité de faire une opération de traitement thermique additionnelle ce qui se traduit par un net avantage économique pour les fabricants de pièces. L'autotrempabilité lors du refroidissement après frittage dépend entre autres de la trempabilité de la poudre qui est fonction des éléments d'addition et des conditions de frittage et de refroidissement. Pour une poudre donnée, la connaissance de la vitesse de refroidissement optimale est nécessaire pour parvenir au niveau de la trempabilité désirée. Prenons par exemple une poudre autotrempante qui nécessite un taux de refroidissement après frittage de 30°C/min afin d'obtenir une structure entièrement martensitique. Un excès de ce taux de refroidissement n'aurait aucun avantage sur le plan de la trempabilité et entraînerait des dépenses inutiles au niveau de la consommation des gaz utilisés lors du refroidissement.

1.4 Trempabilité des pièces poreuses

Les méthodes classiques d'évaluation de la trempabilité des alliages denses ne peuvent répondre aux attentes de l'industrie de la métallurgie des poudres. Une étude récente de Skena (1997) pour évaluer la trempabilité avec l'essai Jominy a été réalisée sur 34 grades commerciaux de poudres d'acier. Les résultats de cette étude sont utiles pour comparer d'une façon rapide la trempabilité de différents mélanges de poudres. Cependant, l'essai Jominy est réalisé à des vitesses de refroidissement trop élevées pour évaluer la trempabilité des matériaux qui trempent relativement facilement (c'est-à-dire, les matériaux autotrempants). De plus, les vitesses de refroidissement obtenues avec cet essai ne sont pas typiques des conditions de refroidissement en continu des pièces autotrempantes.

Une technique expérimentale pour reproduire des diagrammes TTT de matériaux frittés autotrempants a également été développée dans une étude antérieure (Parker *et al.*, 1994). Ces diagrammes ont été obtenus à partir de nombreux essais qui requierent une austénitisation des échantillons suivi d'une trempe et d'un maintien isotherme. Cette information est également très utile, mais les pièces frittées autotrempantes ne sont pas trempées mais plutôt refroidies en continu.

Il est donc important de pouvoir offrir à l'industrie un outil (diagramme ou équation) lui permettant d'évaluer la trempabilité des pièces poreuses, et ce, à des vitesses de

refroidissement beaucoup plus lentes et avec des conditions de refroidissement en continu. Cette approche sera essentielle dans le futur et permettra d'obtenir de l'information additionnelle sur la trempabilité des pièces autotrempantes.

1.5 Paramètres pouvant influencer la trempabilité des pièces poreuses

L'ajout d'éléments d'alliage, la densité de la pièce, le taux de refroidissement après frittage et la masse sont parmi les paramètres qui peuvent influencer la trempabilité des pièces poreuses. Ces paramètres ont été choisis dans cette étude parce que nous considérons qu'ils sont ceux qui peuvent influencer le plus la trempabilité. Les sous-sections suivantes détaillent l'effet de chaque paramètre sur la trempabilité des pièces poreuses.

1.5.1 Éléments d'alliage

Le rôle des éléments d'alliage dans les pièces poreuses est sensiblement le même que pour les alliages denses. Ils sont ajoutés dans le but d'augmenter la résistance mécanique et la trempabilité des aciers. Cependant, en métallurgie des poudres, le choix des éléments d'alliage doit tenir compte de la tendance de ces éléments à s'oxyder lors de la mise en œuvre des poudres. La présence de Cr, Mn ou Si qui ont une haute affinité pour

l'oxygène est généralement limitée car les oxydes formés par ces éléments sont difficiles à réduire dans les étapes subséquentes (German, 1994). La figure 1.13 montre les températures et points de rosée nécessaires pour réduire ces oxydes. La présence de ces oxydes diminuent également la compressibilité de la poudre.

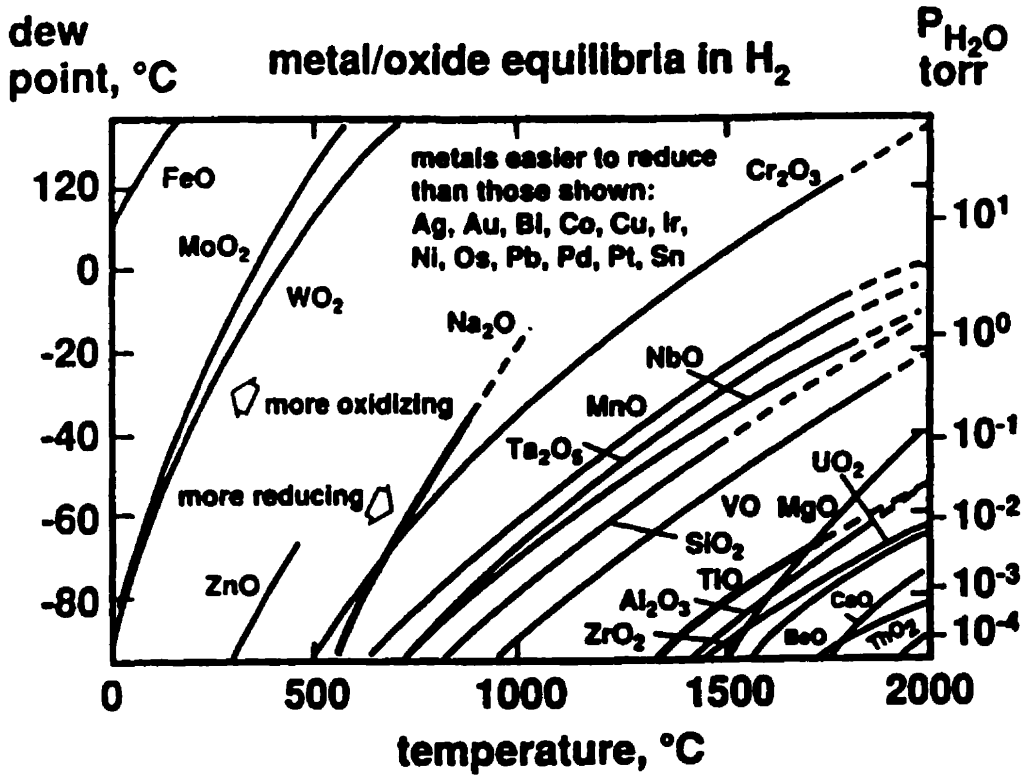


Figure 1.13 : Équilibre métal/oxyde dans l'hydrogène (German, 1994).

Les éléments d'alliage les plus utilisés en métallurgie des poudres (M/P) sont le Ni, le Mo et le Cu. Les oxydes que forment ces éléments sont ultérieurement réduits lors du recuit ou lors du frittage conventionnel à une température de 1120°C (2050°F) sans problème

de ré-oxydation. Afin d'illustrer les effets bénéfiques des éléments d'addition sur la trempabilité, nous utiliserons les courbes TTT d'aciers corroyés. De façon générale, sauf pour le cobalt, l'ajout d'éléments d'alliage (Mn, Si, Ni, Cr, Cu, Mo, V, W et Ti) décalent les courbes vers de plus longues durées (donc vers la droite des diagrammes TTT). Les figures 1.14 a) et b) présentent des diagrammes TTT montrant l'effet d'une augmentation de la teneur en Mo (d'un acier AISI 1060 ne contenant pas de Mo vs un acier AISI 4068 avec 0.24 % de Mo) (Van Der Voort, 1991). Nous remarquons le décalage vers la droite de la courbe TTT. Cela concorde avec les résultats d'une étude antérieure sur les poudres autotrempantes de Domfer démontrant clairement que le Mo améliore la trempabilité de l'acier (Nigarura *et al.*, 1992).

La méthode avec laquelle les éléments d'alliage sont ajoutés à l'acier est importante car ceci peut influencer la microstructure du produit fini. Ils peuvent être ajoutés avant l'atomisation du métal liquide (poudre pré-alliée), mélangés avec de la poudre élémentaire avant d'être pressés, alliés par diffusion (lors du recuit de la poudre), ou un mélange de deux méthodes, c'est-à-dire, une poudre pré-alliée au Mo et alliée par diffusion au Ni.

Les chapitres 3 et 4 présentent les résultats de l'étude de l'effet des éléments d'alliage sur la trempabilité des poudres autotrempantes de Domfer. De plus, le chapitre 7 montre les avantages de ceux-ci sur la dureté apparente, l'énergie d'impact et la résistance maximale à la traction.

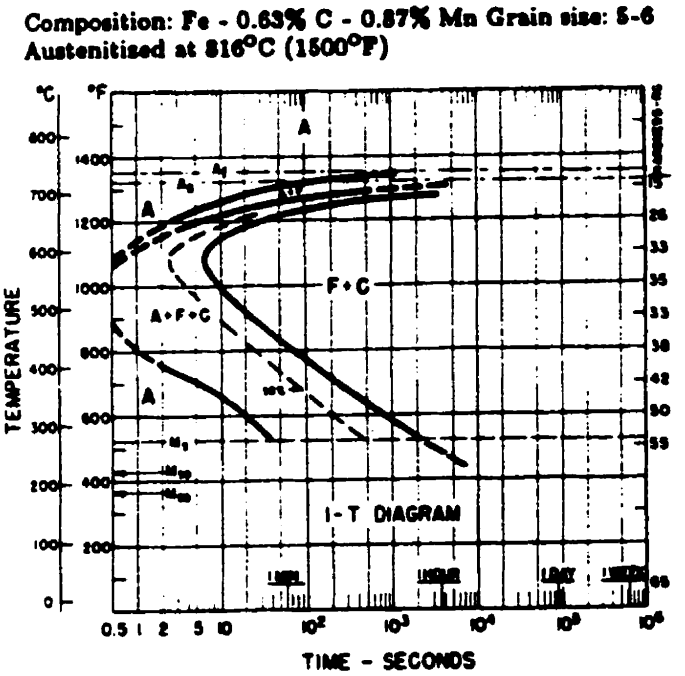


Figure 1.14 a) : Diagramme TTT d'un acier AISI 1060 (Van Der Voort, 1991).

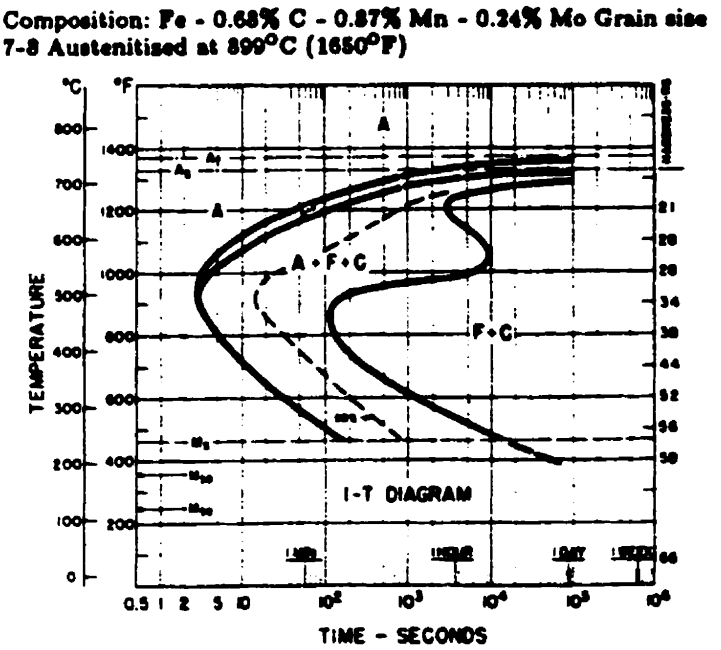


Figure 1.14 b) : Diagramme TTT d'un acier AISI 4068 (Van Der Voort, 1991).

1.5.2 Densité

L'effet d'une augmentation de la densité des pièces fabriquées par M/P se traduit par une augmentation des propriétés mécaniques. Cette augmentation des propriétés mécaniques est attendue puisque la porosité résiduelle affecte de façon significative la résistance mécanique. Les résultats d'une étude de Chagnon et Trudel (1998) sur l'effet de la densité sur les propriétés mécaniques des pièces autotrempantes fabriquées par M/P montrent que la dureté apparente, la résistance maximale à la traction, la limite d'élasticité et l'énergie d'impact augmentent avec une augmentation de la densité. De plus, les résultats de l'étude de Skena (1997) antérieurement citée (section 1.4) démontrent clairement que la trempabilité augmente avec une augmentation de la densité. Cette augmentation de la trempabilité est reliée à la diminution de porosité résiduelle qui augmente la conductivité thermique de la pièce. Pour une composition chimique donnée, une pièce avec une densité élevée conduit plus rapidement la chaleur qu'une pièce de faible densité. La figure 1.15 montre l'effet de la densité sur la conductivité thermique d'un acier fritté FL-4605. La conductivité thermique influence le taux de refroidissement après frittage qui influence à son tour la formation de la martensite, c'est-à-dire, la trempabilité.

Le chapitre 3 présente les résultats obtenus de l'effet bénéfique d'une augmentation de la densité sur la trempabilité pour trois poudres autotrempantes différentes.

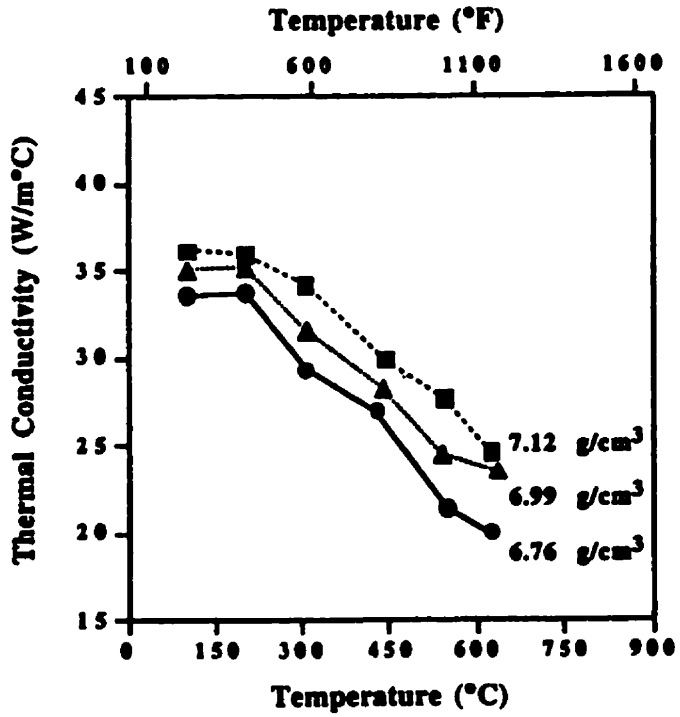


Figure 1.15 : Effet de la densité sur la conductivité thermique d'un acier fritté FL-4605 (Skena, 1997).

1.5.3 Taux de refroidissement

En métallurgie des poudres, la méthode traditionnelle d'obtention d'une structure martensitique était d'effectuer une austénitisation suivie d'une trempe à l'huile après le frittage. De nos jours, avec les pressions environnementales et celles pour réduire les coûts, la trempe à l'huile est de plus en plus remplacée par des systèmes de refroidissement qui utilisent généralement des mélanges de gaz. Il devient alors essentiel de connaître le taux de refroidissement nécessaire (taux de refroidissement critique) pour un mélange de poudres et des conditions de frittage données pour obtenir une structure entièrement martensitique. Par conséquent, la connaissance du taux de refroidissement

critique permet des économies substantielles au niveau de la consommation de gaz. Les résultats d'une étude de Davala *et al.*, (1997) ont démontré que la trempabilité des pièces autotrempantes était une fonction directe du taux de refroidissement et qu'en optimisant le débit de gaz et la vitesse de la courroie du four, des propriétés mécaniques équivalentes à celles d'une pièce trempée et revenue pouvaient être obtenues.

L'effet du taux de refroidissement sur la trempabilité de trois poudres autotrempantes est également démontré dans le chapitre 3.

1.5.4 Masse

La masse de la pièce est un autre paramètre important à considérer dans l'évaluation de la trempabilité. La figure 1.16 présente le profil thermique de deux pièces de masses différentes (Davala *et al.*, 1997). La courbe hachurée représente le profil thermique de la petite pièce (91 g) et la courbe avec des points est le profil thermique de la grosse pièce (763 g). La courbe pleine représente le profil thermique du thermocouple exposé à l'atmosphère du four. Nous remarquons que les conditions de refroidissement dépendent largement de la masse de la pièce. Une augmentation de la masse diminue le taux de refroidissement de la pièce et donc la formation de martensite. Le chapitre 4 présente les résultats obtenus d'une étude sur l'effet de la masse sur l'autotrempabilité des pièces fabriquées par M/P.

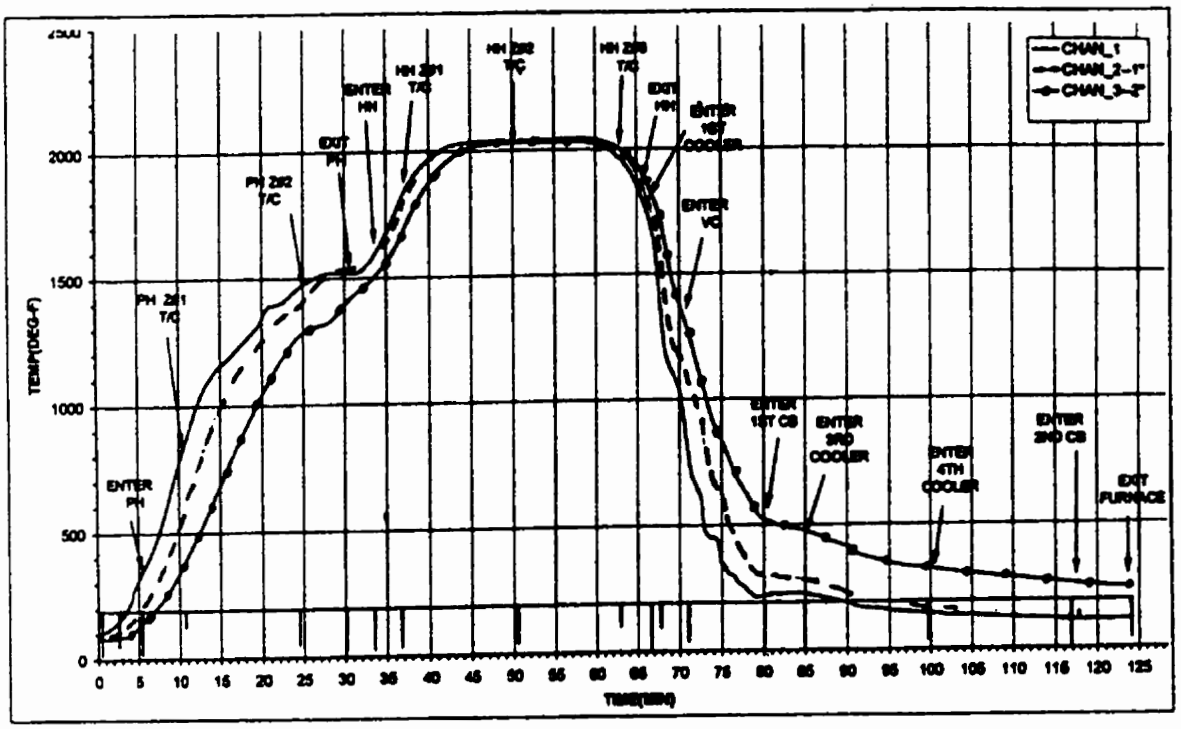


Figure 1.16 : Profil thermique de deux pièces de masses différentes. La courbe hachurée représente le profil thermique de la petite pièce (91 g), la courbe avec des points est le profil thermique de la grosse pièce (763 g) et la courbe pleine représente le profil thermique du thermocouple exposé à l'atmosphère du four (Davala *et al.*, 1997).

1.6 Propriétés mécaniques des pièces fabriquées par M/P

Les propriétés mécaniques évaluées dans ce travail sont la dureté apparente, la ténacité et la résistance à la traction (R_m). Ces propriétés mécaniques ont été mesurées dans le but d'étudier l'effet des éléments d'addition (le Mo et le Ni pré-alliés et plus particulièrement le Cu et le Ni ajoutés), l'effet du revenu, l'effet de la température de frittage et l'effet de

la densité sur les poudres MP52 et MP55 de Domfer. Les résultats obtenus sont comparés avec les propriétés mécaniques des normes de Metal Powder Industries Federation (MPIF) pour des mélanges autotrempants semblables (ex : FLN-4600 et FLC-4600). La comparaison des résultats obtenus est également réalisée avec ceux de la littérature. Le tableau 1.3 et la figure 1.17 présentent un tableau de la composition chimique et la définition de la nomenclature utilisée par MPIF pour désigner les différents aciers autotrempants fabriqués par M/P. Par exemple, un acier FLNC–4408 a une teneur en carbone de 0.8 % après frittage et fait partie de la série 4400 des grades de poudres pré-alliées. Les lettres FL signifient que c'est une poudre pré-alliée et les lettres N et C sont les ajouts principaux de poudre élémentaire (Nickel et Cuivre respectivement). Le niveau d'éléments de pré-alliage augmente avec une augmentation du grade de poudre, c'est-à-dire, de 4200 à 4400 et à 4600. Les valeurs des propriétés mécaniques d'un acier fritté FLC-4608 utilisées pour la comparaison sont ensuite présentées au tableau 1.4 (MPIF Standard 35, 1994). Les sous-sections suivantes traitent individuellement chaque propriété.

Tableau 1.3 : Tableau de la composition chimique des aciers autotrempants fabriqués par M/P (MPIF Standard 35, 1994).

Matériel		Composition chimique, (%)				
		Fe	C	Ni	Mo	Cu
FLN2-4408	Minimum	93.15	0.6	1.00	0.65	---
	Maximum	97.75	0.9	3.00	0.95	---
FLN4-4408	Minimum	91.15	0.6	3.00	0.65	---
	Maximum	95.75	0.9	5.00	0.95	---
FLN6-4408	Minimum	89.15	0.6	5.00	0.65	---
	Maximum	93.75	0.9	7.00	0.95	---
FLN-4608	Minimum	91.00	0.6	3.6*	0.39	---
	Maximum	93.41	0.9	5.0*	1.10	---
FLC-4608	Minimum	91.00	0.6	1.60	0.39	1.0
	Maximum	96.41	0.9	2.00	1.10	3.0
FLC-4908	Minimum	92.40	0.6	---	1.30	1.0
	Maximum	95.10	0.9	---	1.70	3.0
FLNC-4408	Minimum	90.15	0.6	1.00	0.65	1.0
	Maximum	96.75	0.9	3.00	0.95	3.0

* Au moins 2% de Ni est ajouté sous forme de poudre élémentaire

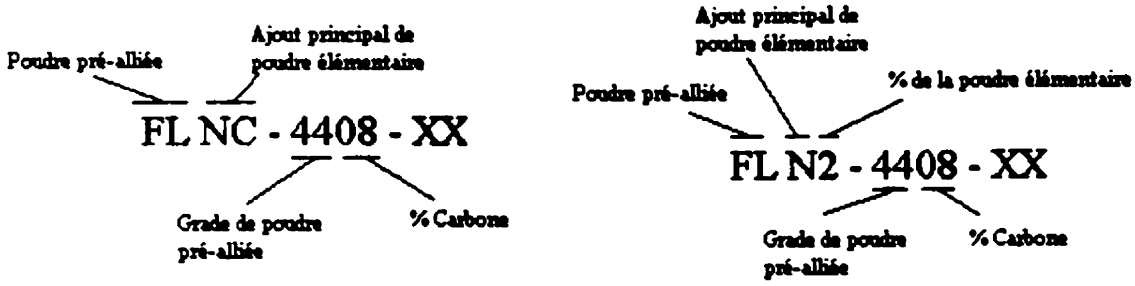


Figure 1.17 : Définition de la nomenclature utilisée par MPIF pour désigner les différents aciers autotrempants (MPIF Standard 35, 1994).

Tableau 1.4 : Valeurs des propriétés mécaniques d'un acier fritté FLC-4608 (MPIF Standard 35, 1994).

Matériel	Densité, (g/cm^3)	Dureté apparente, (HRC)	Résistance à la traction, (MPa)	Ténacité, (Joules)
FLC-4608	6.6	20	414	7
	6.8	26	552	9
	7.0	31	690	12
	7.2	37	827	19

1.6.1 Dureté apparente

En métallurgie des poudres, on utilise le terme dureté apparente pour signifier que la dureté tient compte de la porosité de la pièce. Nous pouvons remarquer au tableau 1.4 les valeurs typiques de dureté apparente pour un alliage FLC-4608 autotrempé, revenu et pressé à une densité de 6.6, 6.8, 7.0 et 7.2 g/cm^3. Les duretés apparentes sont de 20, 26, 31 et 37 HRC respectivement. Le tableau 1.5 montre les propriétés mécaniques (dureté apparente, énergie d'impact et résistance à la traction) obtenues par certains chercheurs pour des mélanges de poudres autotrempants semblables. Les propriétés mécaniques des normes de MPIF d'un acier fritté FLC-4608 sont également présentes pour fins de comparaison. Nous remarquons que la poudre 737SH (échantillons pressés à une densité de 6.9 g/cm^3) se classe bonne première avec une dureté apparente de 40 HRC. Le chapitre 7 présente les résultats de dureté apparente obtenus pour les poudres MP52 et MP55 en fonction des différents paramètres étudiés.

1.6.2 Ténacité

Les valeurs typiques de ténacité pour un alliage FLC-4608 autotrempé, revenu et pressé à des densités de 6.6, 6.8, 7.0 et 7.2 g/cm^3 sont de 7, 9, 12 et 19 joules respectivement (voir tableau 1.4). Ces valeurs sont ensuite jumelées à celles du tableau 1.5 pour la comparaison avec les résultats obtenus par certains chercheurs. La valeur de ténacité la plus élevée (16.2 joules) dans le tableau 1.5 est obtenue avec les poudres 737SH (échantillons pressés à une densité de 6.9 g/cm^3) et Ancorsteel 150HP (échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3). Le chapitre 7 présente les résultats de ténacité obtenus avec les poudres MP52 et MP55 en fonction des différents paramètres étudiés.

Tableau 1.5 : Propriétés mécaniques obtenues par certains chercheurs en comparaison avec les valeurs de MPIF.

Poudre et composition en élément de pré-alliage	Conditions et Additifs	Dureté apparente, (HRC)	Résistance à la traction, (MPa)	Ténacité (Joules)
4701 0.45 % Mn, 0.9 % Ni, 1 % Mo et 0.45 % Cr (Chagnon et Trudel, 1997)	6.8 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu $T°_{revenu}$: 204°C (400°F)	27	702	10.4
	6.8 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu $T°_{frittage}$: 2350°F $T°_{revenu}$: 204°C (400°F)	32	723	15.6
	6.8 g/cm^3 0.65 % C et 2 % Cu $T°_{revenu}$: 204°C (400°F)	22	753	11.2
737SH 0.42 % Mn, 1.4 % Ni et 1.25 % Mo (Baran *et al.* 1999)	6.9 g/cm^3 0.83 % C et 2 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	40	1035 $T°_{revenu}$: 204°C (400°F)	16.2
Ancorsteel 85HP 0.13 % Mn et 0.85 % Mo (Causton et Fulmer, 1992)	7.1 g/cm^3 0.5 % C 1 % Cu et 2 % Ni $T°_{revenu}$: 232°C (450°F)	30	1048	13.6
	7.1 g/cm^3 0.5 % C 1 % Cu et 4 % Ni $T°_{revenu}$: 232°C (450°F)	29	952	14.9
Ancorsteel 150HP 0.13 % Mn et 1.5 % Mo (Causton et Fulmer, 1992)	7.1 g/cm^3 0.5 % C 1 % Cu et 2 % Ni $T°_{revenu}$: 232°C (450°F)	30	1041	14.9
	7.1 g/cm^3 0.5 % C 1 % Cu et 4 % Ni $T°_{revenu}$: 232°C (450°F)	30	924	16.2
Ancorsteel 4600V 0.17 % Mn, 1.85 % Ni et 0.55 % Mo (Rutz *et al.*, 1997)	7.0 g/cm^3 0.8 % C 2 % Cu $T°_{revenu}$: 193°C (380°F)	37	813	---
FLC-4608 1.6-2 % Ni, 0.39-1.1 % Mo (MPIF Standard 35, 1994)	6.8 g/cm^3 0.6-0.9 % C 1-3 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	26	552	9
	7.0 g/cm^3 0.6-0.9 % C 1-3 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	31	690	12

1.6.3 Résistance à la traction

Les valeurs de résistance à la traction d'un alliage FLC-4608 autotrempé, revenu et pressé à des densités de 6.6, 6.8, 7.0 et 7.2 g/cm^3 sont de 414, 552, 690 et 827 MPa respectivement (voir tableau 1.4). Le tableau 1.5 présente les résultats obtenus par certains chercheurs des valeurs de résistance à la traction pour des mélanges autotrempants. Nous pouvons remarquer que la poudre 737SH (échantillons pressés à une densité de 6.9 g/cm^3) est encore une fois la plus performante pour ce niveau de densité avec une valeur de 1035 MPa. Les poudres Ancorsteel 85HP et 150HP (échantillons pressés à une densité de 7.1g/cm^3) ont également un très bon comportement en traction avec des valeurs de 1048 et 1041 MPa respectivement. Le chapitre 7 présente les résultats des essais de traction obtenus pour les poudres MP52 et MP55 en fonction des différents paramètres étudiés.

2.1 Matériel utilisé

Les poudres étudiées dans le cadre de ce mémoire sont les poudres autotrempantes de la compagnie Domfer, c'est-à-dire, les poudres MP52, MP55 et MP56. Le tableau 2.1 présente les niveaux d'éléments d'alliage de ces poudres. Ces poudres préalliées sont ensuite généralement mélangées avec 2 % Cu, 1 % Graphite et 0.75 % stéarate de zinc (lubrifiant) avant l'étape du pressage. Nous remarquons que le niveau d'éléments d'alliage augmente de la poudre MP52 à MP55 et de MP55 à MP56.

Tableau 2.1 : Niveau d'éléments d'alliage des poudres autotrempantes étudiées.

Identification de la poudre	**Mn (% poids)**	**Mo (% poids)**	**Ni (% poids)**
MP52	0.44	0.68	0.44
MP55	0.50	0.73	1.80
MP56	0.50	0.97	1.73

Par ailleurs, le tableau 2.2 présente les mélanges réalisés à partir des poudres MP52 et MP55 afin de caractériser les propriétés mécaniques.

Tableau 2.2 : Mélanges réalisés à partir des poudres MP52 et MP55 afin de caractériser les propriétés mécaniques.

Numéro du mélange	Identification de la poudre	Densité à vert, (g/cm^3)	Température de frittage, (°C)	% Cu ajouté	% Ni ajouté	% Graphite ajouté
1	MP52	6.8	1121	2	—	1
2		7.1				
3		6.8	1288			
4		7.1				
5	MP52	6.8	1121	2	1.5	1
6		7.1				
7		6.8	1288			
8		7.1				
9	MP52	6.8	1121	2	3.5	1
10	MP52	6.8	1121	—	6	0.6
11		7.1				
12		6.8	1288			
13		7.1				
14	MP55	6.8	1121	2	—	1
15		7.1				
16		6.8	1288			
17		7.1				
18	MP55	6.8	1121	1	—	1
19		7.1				
20		6.8	1288			
21		7.1				
22	MP55	6.8	1121	—	—	1
23	MP55	6.8	1121	2	2	1
24	MP55	6.8	1121	2	4	1

2.2 Préparation des échantillons

2.2.1 Échantillons utilisés pour caractériser la trempabilité en laboratoire

La dimension des échantillons utilisés pour évaluer la trempabilité à partir du montage expérimental (présenté à la prochaine section) est de 4 pouces (10.16 cm) de longueur et de 1 pouce (2.54 cm) de diamètre. Ces échantillons cylindriques ont été usinés à partir de blocs rectangulaires de 6.67 cm x 6.67 cm x 20.32 cm (2 5/8 in. x 2 5/8 in. x 8 in.) ayant été pressés afin d'obtenir des densités après frittage de 6.6, 6.9 et 7.1 g/cm^3. Le frittage de ces blocs a été réalisé à une température de 1120°C (2050°F) pendant 30 minutes dans une atmosphère d'ammoniaque dissociée. Une description plus détaillée des échantillons cylindriques ainsi qu'une figure prévue à cet effet se retrouve dans les sections 3.3 et 6.4.

2.2.2 Échantillons utilisés pour évaluer l'effet de la masse en industrie

L'effet de la masse sur la trempabilité a été évalué à partir d'échantillons cylindriques de cinq masses différentes pressés à une densité fixe de 6.8 g/cm^3. La masse des échantillons était de 139, 750, 1250, 1700 et 2375 g. Le tableau 4.2 du chapitre 4 donne les dimensions et la masse des échantillons utilisés.

2.2.3 Échantillons utilisés pour évaluer les propriétés mécaniques

Les échantillons utilisés pour évaluer la ténacité sont des éprouvettes Izod. Les échantillons Izod ont été effectués selon les standards de MPIF no. 40 (MPIF Standard 40, 1998). La dimension de ces éprouvettes est de 10 mm x 10 mm x 75 mm. Les échantillons de traction sont pour leur part usinés à partir des éprouvettes Izod selon les standards de MPIF no. 10 (MPIF Standard 10, 1998). Ces échantillons des différents mélanges ont été frittés et pressés par un laboratoire extérieur (Powder-Tech Inc.) pour deux niveaux de densité à vert: 6.8 et 7.1 g/cm^3. La densité des échantillons frittés a ensuite été mesurée selon les standards de MPIF no. 42 (MPIF Standard 42, 1998). Cette procédure consiste entre autre à mesurer le poids de la pièce dans l'air, dans l'eau et après imprégnation dans l'huile pour ensuite incorporer ces valeurs dans une expression mathématique pour le calcul de la densité.

2.3 Montage expérimental permettant l'évaluation de la trempabilité en laboratoire

L'équipement nécessaire pour évaluer la trempabilité des échantillons cylindriques est présenté à la figure 3.1 (section 3.3.2). Le montage est principalement composé d'un four horizontal tubulaire de marque Lindberg. Le four est divisé en trois zones reliées à des contrôleurs de températures. Un tube de quartz est situé au centre du four afin d'aider à déplacer les échantillons qui sont austénitisés. L'uniformité de la température

est assurée par un tube d'Inconel qui minimise les effets de bouts en entourant le tube de quartz sur une longueur égale à celle du four.

2.4 Caractérisation microstructurale

La caractérisation microstructurale des échantillons a été réalisée par microscopies optique et électronique à balayage. Avant d'être observés au microscope, les échantillons doivent être coupés, enrobés dans de la résine, polis et attaqués. Le polissage des échantillons doit être fait avec précaution afin d'ouvrir correctement les pores. La coupe des échantillons est effectuée avec une scie diamantée ou par jets d'eau pour éviter la surchauffe des échantillons et un possible revenu de la microstructure. Les réactifs d'attaque utilisés sont le Nital 2 % et un mélange égal de Nital 4 % et Picral 3 %.

2.4.1 Microscopie optique

La microscopie optique permet la prise de photos à un grossissement de 100 X afin de réaliser la caractérisation ultérieure des paramètres stéréologiques. Les microscopes optiques utilisés sont un Leitz Metallovert et un Zeiss Panphot II. Les microconstituants caractérisés sont la martensite, la bainite et la perlite. Cependant, la caractérisation de la bainite et de la perlite au microscope optique comporte des difficultés qui ont entraîné le

développement d'une procédure automatique de caractérisation qui combine la microscopie optique, l'analyse d'images et la microdureté. De plus, une caractérisation de la chimie des microconstituants observés suite à leur discrimination initiale qui couple l'analyse d'images pour la détermination des paramètres stéréologiques et l'analyse EDS par microscopie électronique à balayage pour la chimie a été développée afin d'obtenir une caractérisation complète de la microstructure sans ambiguïté. Ces procédures qui nécessitent la microscopie optique en premier lieu seront détaillées davantage dans les chapitres 5 et 6.

2.4.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie optique est un outil rapide pour évaluer la microstructure des échantillons, mais demeure limitative pour discriminer certains microconstituants (ex. : la bainite et la perlite) qui ont une morphologie semblable à faible grossissement. La microscopie électronique à balayage devient alors un outil indispensable de caractérisation et a surtout été utilisée dans le but de confirmer la nature des microconstituants observés en microscopie optique. Les systèmes utilisés sont un MEB JEOL JSM-840 muni d'un spectromètre en sélection d'énergie des rayons-X et un MEB canon à effet de champs Philips XL-30.

2.5 Caractérisation des paramètres stéréologiques

Les mesures stéréologiques des microconstituants en présence ont été obtenues par comptage de points ou par analyse d'images. Ces deux techniques de caractérisation stéréologiques sont expliquées davantage dans les sous-sections suivantes.

2.5.1 Comptage de points

La mesure stéréologique des microconstituants par comptage de points est faite à partir de micrographies optiques réalisées à un grossissement de 100 X et d'un gabarit de points. Le gabarit est installé sur la micrographie. Le nombre de points qui intercepte le microconstituent analysé divisé par le nombre de points total sur la micrographie donne le pourcentage de ce microconstituent. Cette technique facile à utiliser et très peu coûteuse est conforme à la norme ASTM E 562 (1995).

2.5.2 Analyse d'images

L'analyse d'images est un outil de caractérisation stéréologique très puissant qui offre de nombreuses possibilités de mesures stéréologiques des microconstituants (ex. : pourcentage, taille, forme, sphéricité des particules, ...). Le logiciel d'analyse d'images

utilisé est CLEMEX VISION. Ce système est combiné à un microscope optique, une plate-forme motorisée et une caméra qui permet la prise d'images. L'édition d'une routine qui permet d'identifier et de mesurer les différents microconstituants est nécessaire. Cette routine peut ensuite être utilisée sur de nombreux champs d'une façon automatique sans même l'assistance d'un opérateur. Le chapitre 5 présente une procédure automatique de caractérisation qui utilise l'analyse d'images et le microduromètre.

2.6 Caractérisation des propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques évaluées dans ce travail sont la dureté apparente, la ténacité et la résistance à la traction. Dans certains cas, des essais de microdureté ont été effectués afin de confirmer la nature des microconstituants observés en microscopie optique. Les paragraphes qui suivent décrivent les appareils utilisés pour mesurer ces propriétés.

2.6.1 Dureté apparente

La dureté apparente des échantillons est mesurée à l'aide d'un appareil de mesure Rockwell de marque Wilson. L'échelle utilisée fut l'échelle Rockwell C (HRC).

2.6.2 Microdureté

La microdureté des différents microconstituants a été réalisée à l'aide d'un microduromètre CLEMEX CMT. Ce microduromètre de marque Mitutoyo est muni d'une plate-forme motorisée et d'une caméra. L'échelle utilisée est en Vickers (HV).

2.6.3 Ténacité

La ténacité des échantillons est évaluée avec l'essai Charpy. L'appareil utilisé est un mouton pendule Charpy conforme aux standards de MPIF no. 40 (MPIF Standard 40, 1998). Les éprouvettes utilisées généralement pour ce genre d'essai sont entaillées afin de faciliter l'amorce de fissures. Cependant, en M/P, la porosité résiduelle fait office d'amorce et les échantillons n'ont pas besoin d'une entaille. Les essais ont tous été effectués à la température ambiante.

2.6.4 Résistance à la traction

La résistance à la traction (R_m) a été mesurée à l'aide d'un appareil de traction Instron modèle 1125 conforme aux standards de MPIF no. 10 (MPIF Standard 10, 1998). La vitesse de traverse utilisée lors des essais est de 1 mm/min.

CHAPITRE 3

EFFECT OF MATERIALS AND PROCESS PARAMETERS ON THE MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF SINTER-HARDENING ALLOYS

G. L'Espérance*, E. Duchesne*,
and A. de Rege**

* Centre for Characterization and Microscopy of Materials, $(CM)^2$, Ecole Polytechnique de Montréal, P.O. Box 6079, Station "centre-ville", Montréal, Québec, H3C 3A7, Canada.

** Domfer Metals Powders Ltd, 6090, Boul. Newman, Ville Lasalle (Québec), H8N 2S3, Canada

Presented at PM^2TEC 1996 and published in
Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, vol. 11, pp.397-413.

3.1 INTRODUCTION

La popularité des alliages autotrempants en métallurgie des poudres ne cesse d'augmenter puisqu'ils offrent une dureté et une résistance mécanique très élevées après frittage sans la nécessité d'effectuer une trempe à l'huile ce qui élimine une étape du procédé qui se traduit par un net avantage économique. La sélection d'un matériau optimal pour des conditions de frittage disponibles dans une industrie de production de pièces ou l'optimisation des conditions de frittage pour un mélange de poudres donné nécessite de connaître la réponse d'une pièce spécifique (composition du mélange et densité) en fonction des conditions de frittage (taux de refroidissement possible) ce qui sauve considérablement du temps. Il est alors important de bien identifier le niveau de trempabilité requis pour une application donnée lors de la sélection d'un nouveau mélange de poudres afin d'éviter d'utiliser un mélange plus trempant que l'application le demande.

L'article présenté dans ce chapitre porte sur l'amélioration d'une technique d'évaluation de l'autotrempabilité en fonction du taux de refroidissement et de la densité des pièces pour les poudres autotrempantes MP52, MP55 et MP56 de Domfer. Les modifications apportées à la méthode permettent de générer les résultats d'une façon plus économique et rapide et permettent de déterminer l'effet de la densité des pièces frittées et la chimie/composition du mélange de poudres. Les résultats générés sont présentés sous forme de diagrammes de mise en œuvre (dureté-vitesse de refroidissement-

microstructure) de manière à ce que les manufacturiers de pièces puissent choisir le mélange de poudres notamment la poudre autotrempante afin d'obtenir une dureté et une microstructure données pour une pièce frittée à une densité donnée et selon des conditions de frittage spécifiques.

3.2 INTRODUCTION

Sinter-hardening alloys have gained considerable popularity in industry since they allow high hardness and strength to be achieved immediately after sintering. This eliminates the need to quench the sintered parts in a liquid medium as well as the related manufacturing problems. For these alloys, the ability to promote the formation of martensite during cooling after sintering is the most important factor for optimizing wear resistance and strength of the sintered part.

Prealloyed powders of the low alloy grades of MPIF standard 35 series FL-4600 and FL-4200 containing Mo and Ni have frequently been used for this purpose. Thus, when mixed with the appropriate amount of Cu and graphite, these powders can lead to microstructures consisting mainly of martensite and some pearlite or/and bainite. This can be achieved for relatively large parts and using standard sintering conditions without the need for accelerated cooling, if the alloy system chosen offers sufficient hardenability. For even larger parts, these alloys still permit sinter-hardening when a rapid cooling furnace with state of the art design is employed. Smaller parts and rapid furnace cooling, on the other hand, allow the use of leaner prealloyed grades, resulting in a clear economical advantage.

In selecting an optimal material for the sintering conditions available at a P/M manufacturing plant or in optimizing the sintering conditions for a given material, it is

necessary to know the response of a specific material (alloy composition and density) to the sintering conditions, particularly the cooling rate over the critical temperature range; thus saving considerable time. On the other hand, cost factors can be assessed at the early stage of material selection by carefully evaluating the level of hardenability required for a given application thereby avoiding costly "over-engineering " of the alloy.

In a previous study [1], a novel and relatively simple experimental approach was described to determine the effect of cooling rate on the hardness and microstructure of a sintered part. Results were presented for one prealloyed powder pressed and sintered to one density. In this work, the same method was used to generate cooling rate-hardness-microstructure relationships for different powders. In addition, the method was modified in order to: 1) generate this information more rapidly and cost effectively and 2) determine the effect of density of the sintered parts. The information generated is presented in such a way as to allow parts manufacturers to select a powder to achieve a given hardness and microstructure for a sintered part of a given density and their specific processing conditions.

3.3 EXPERIMENTAL PROCEDURES

3.3.1 Materials

Three prealloyed grades currently produced by Domfer were considered for this work: MP52, MP55 and MP56. The base powders were mixed with copper and graphite and sintered to three different densities: 6.6, 6.9 and 7.1 g/cm^3 giving a total of nine samples. The sintered compositions obtained are given in table 3.1.

Table 3.1 : Sintered compositions obtained for three base powders investigated in this work

	C (w/o)	Mo (w/o)	Ni (w/o)
MP52	0.70	0.68	0.44
MP55	0.80	0.73	1.80
MP56	0.84	0.97	1.73

3.3.2 Experimental apparatus used to determine the hardenability of sintered powders

The experimental apparatus used to determine the hardenability of sintered powders is the same as that used in a previous study [1]. Figure 3.1 shows the experimental apparatus used to evaluate the hardenability of the samples. It consists of a three zone Lindberg horizontal tube furnace.

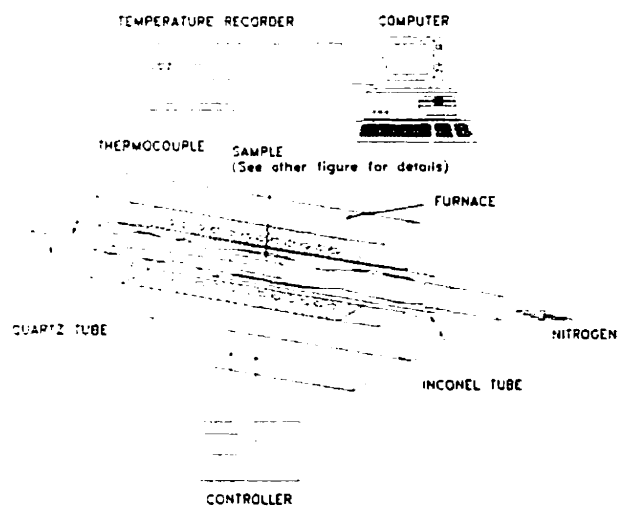


Figure 3.1 : Experimental apparatus used to evaluate sinter-hardenability.

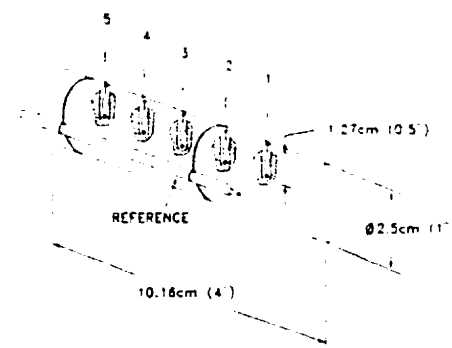


Figure 3.2 : Dimensions of the samples. The position of the thermocouples is also shown.

The temperature of the three zones can be controlled separately to minimize the thermal gradient of the zone in the middle where the samples are austenized. Austenitization (after sintering) was carried out at 980°C (1790°F) for 1 hour in a flow of nitrogen. In order to achieve different cooling rates after austenitization, the samples were removed from the middle zone of the furnace and located at the end of the quartz tube and then cooled using nitrogen flowing at different rates. The cylindrical samples used in the previous study were all 2.54 cm (1 ") long with a diameter of 2.54 cm (1 "). Control of the flow rate of nitrogen and of the position of the sample allowed to control the cooling rate of the sample. The temperature was measured and continuously monitored during the experiment by chromel/alumel K thermocouples inserted in a 1.0 mm (0.040 ") diameter hole located in the middle of the sample and at a depth of 12.8 mm (0.5 "). The entire temperature profiles were measured and recorded in ASCII code on a computer for subsequent processing.

There are two major differences between the experimental approach of this work and that of the previous study [1]. The first important difference has been the use of five thermocouples positioned along the length of the cylindrical sample (figure 3.2). The main advantage of this procedure is the possibility to measure five different cooling rates along the 10.16 cm (4 ") long sample in one single experiment. This reduces significantly the time needed to generate the data of interest (hardness-cooling rate-microstructure diagrams).

The second important modification made to the experimental procedures has been the use of a thermocouple located close to the sample. Figure 3.2 shows the exact position of this thermocouple which allows to measure the cooling rate in the environment around the sample and thus the external cooling rate to which the sample is submitted during the experiment. This external cooling rate will be used as a " reference " cooling rate in order to determine the effect of the density of the sample on its cooling rate and its sinter-hardenability. This is possible because, for a given reference cooling rate measured in the environment around the sample, variations in cooling rate measured in the sample will be associated with differences in density or/and the geometry of the sample. Since the geometry of the samples was constant in all of our experiments, variations in cooling rate in the sample measured for different densities and a given reference cooling rate reflect the effect of density on cooling rate and is therefore a way to measure the effect of density on sinter-hardenability of different compacts. Thus, curves of the cooling rate in samples as a function of external cooling rates can then serve to predict the effect of density and external cooling rate on the sinter-hardenability of a given part. In addition, curves obtained for different powder blends can serve to optimize the selection of the alloy content, density and cooling rate required to achieve a desired hardness level.

3.3.3 Microstructural characterization

The microstructure of samples cooled at different rates was characterized by optical and scanning electron microscopies. Cross sections of the samples were prepared to characterize the microstructure in the same area for which the cooling rates were measured. The samples were ground and polished with a 1 μm alumina slurry. The optical microscope used was a Leitz Metallovert and the SEM used was a JEOL JSM-840 coupled to an ultra thin window (UTW) energy dispersive X ray spectrometer (EDS) allowing the detection of light elements such as carbon, nitrogen and oxygen. The samples were etched in a solution containing equal amounts of 4% Nital and 3% Picral.

3.3.4 Hardness-microstructure-cooling rate diagrams

The hardness of the samples was measured in the same area for which the microstructure was characterized (and the cooling rate determined). The knowledge of the hardness, the microstructure and the cooling rate from the same area of the samples allows to construct diagrams which show the hardness and the microstructure of the part as a function of cooling rate. Thus the cooling rate required to achieve a desired hardness (and the associated microstructure) can readily be visualized by part manufacturers.

3.4 RESULTS AND DISCUSSION

3.4.1 Experimental cooling curves

Figure 3.3 shows experimental cooling curves (T vs t) obtained in this work for powder MP55 (pressed at a density of 6.6 g/cm^3) by placing thermocouples at six different locations along the sample. It can be seen that the new experimental approach allows to measure five different cooling rates along the 10.16 cm (4") sample and another one in the environment around the sample in one single experiment. As expected, the cooling curves are not linear and the cooling rate continuously decreases with decreasing temperature. Continuously changing cooling rates require that a range of temperatures is specified in order to define a working and practically relevant cooling rate. In the context of sinter-hardenability, it is necessary that both the formation of pearlite and bainite is avoided in order for the samples to fully transform to martensite. For the steels of interest here, the transformation of bainite is expected to be in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) [1].

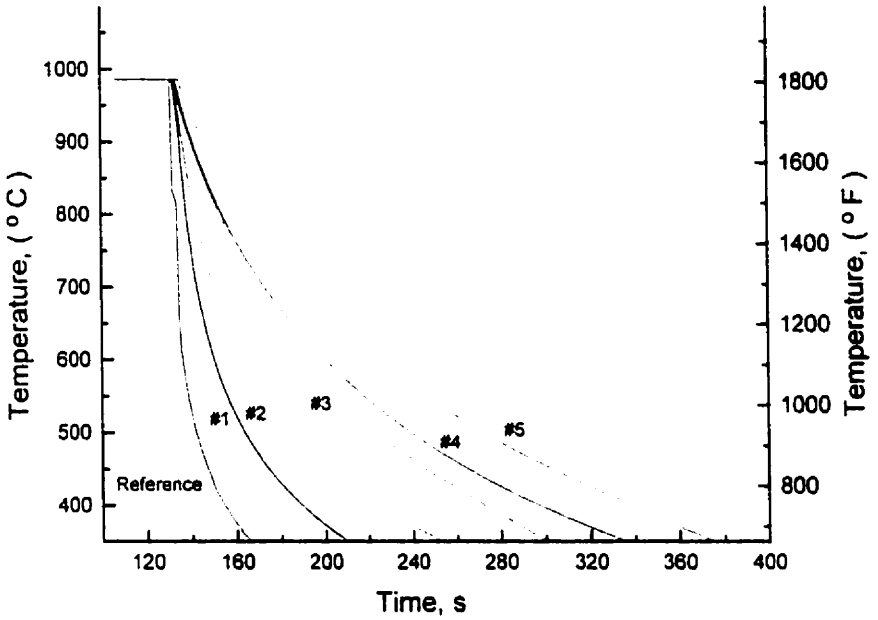


Figure 3.3 : Typical experimental cooling curves of MP55 (6.6 g/cm^3) obtained in this work.

Thus, table 3.2 gives the cooling rates measured from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) in samples of MP52, MP55 and MP56 pressed at three densities. The time required for cooling the samples in this temperature range is also given.

3.4.2 Hardness vs cooling rate diagrams

Figure 3.4 gives the hardness of MP52 at three different densities (6.6, 6.8 and 7.1 g/cm^3) as a function of cooling rate from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F). Although the MP52 alloy is a less alloyed powder it clearly exhibits sinter-hardenability at larger

Table 3.2 Cooling rates measured in samples of MP52, MP55 and MP56 alloys used to determine their sinter-hardenability. Cooling rates were measured for three density levels.

MP52				MP55				MP56			
Density (g/cm^3)	Cooling rate in (°C/min) from 550 to 350°C	Time (min)	Hardness (HRC)	Density (g/cm^3)	Cooling rate in (°C/min) from 550 to 350°C	Time (min)	Hardness (HRC)	Density (g/cm^3)	Cooling rate in (°C/min) from 550 to 350°C	Time (min)	Hardness (HRC)
6.6	5	39.7	17.5	6.6	6.5	30	23	6.6	6	32.7	23.5
	8	25	19.5		8	25	24		7.5	27.2	28.5
	10	20.4	22		10	20.4	25.5		10.5	19.2	32
	14.5	13.7	24		12.5	16	27		12	16.7	34.5
	19	10.5	28		16	12.3	28		16.5	12	36.5
	23.5	8.5	32		22	9.2	30		25	8	38.5
	26	7.5	33		25	8	33		35	5.7	40.5
	28.5	7	34		29	6.9	34	7	5	39.7	25
	33	6	36.5		35	5.7	36		6.5	30	30
6.8	5.5	36.7	18	6.9	6	32	25		9.5	21.2	37
	7.5	27.2	20		8.5	24	27.5		12.5	16	38.5
	9	22.5	21.5		10.5	19.2	30		17	11.7	41
	14	14.3	24.5		12.5	16	32		20	10	42
	18	11	27.5		15.5	13	35		24.5	8.2	44
	23	8.75	31		21.5	9.4	37		30	6.7	45
	25	8	34		25	8	38.5		44.5	4.5	46
	48	4.2	39		30	6.7	41		5	39.7	27
7.1	6	32.7	20		35	5.7	45	7.1	9.5	21.2	37.5
	8.5	24	21.5	7.1	6.5	30	30.5		10.5	19.2	39.5
	9.5	21.2	22.5		9.5	21.2	36.5		12	16.7	40.5
	14	14.3	26.5		13	15.2	41		15	13.4	43
	17.5	11.5	28.5		17	11.7	43		18.5	10.8	44
	21	9.5	32		20.5	9.6	45		22.5	8.8	45.5
	24	8.3	38		22.5	8.8	46.5		24	8.3	46.5
	30	6.7	40		30	6.7	47		36.5	5.5	49
	-	-	-		35	5.7	48		-	-	-
	-	-	-		42	4.8	48.5		-	-	-

cooling rate of ≅ 20 °C/min which is nearly equal to the hardness of the alloys quenched in water (49 HRC). It is therefore possible with a cooling rate of 20°C/min and a density of 7.1 g/cm^3 to nearly achieve the maximum hardening potential of the MP55 alloy by sinter-hardening and to achieve maximum hardness with a cooling rate of 40°C/min. Finally, figure 3.6 shows the hardness of MP56 as a function of cooling rate in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) for three density levels (6.6, 7.0 and 7.1 g/cm^3).

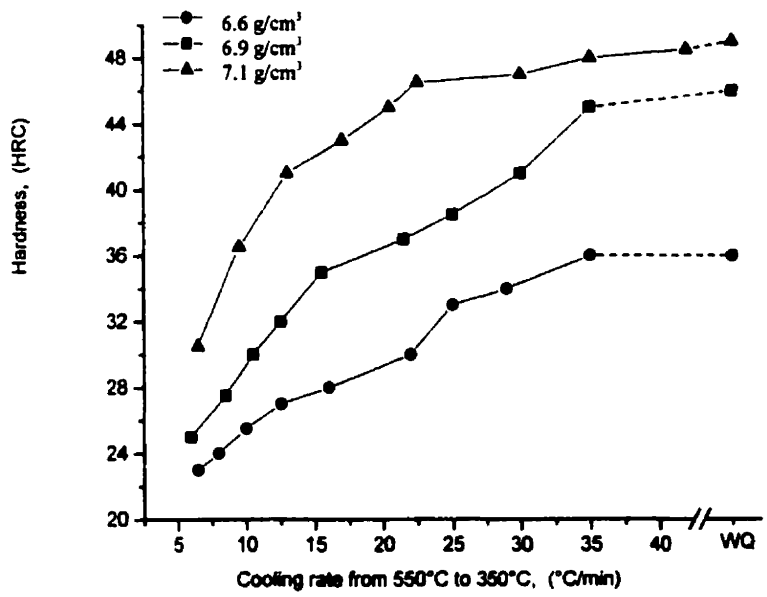


Figure 3.5 : Hardness of MP55 as a function of cooling rate from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) for three densities (6.6, 6.9 and 7.1 g/cm^3).

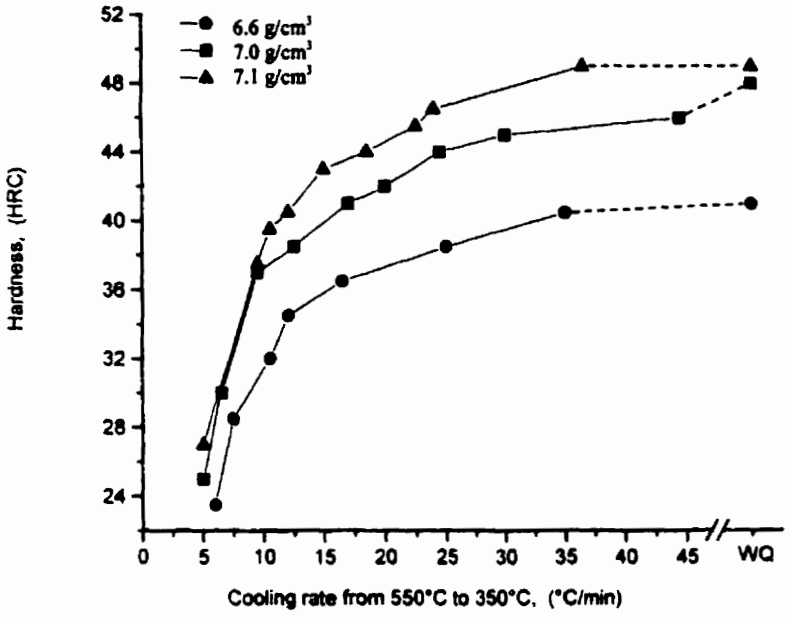


Figure 3.6 : Hardness of MP56 as a function of cooling rate from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) for three densities (6.6, 7.0 and 7.1 g/cm^3).

A comparison of this figure with figures 3.4 and 3.5 shows that alloys MP55 and MP56 can achieve their full hardening potential for relatively low cooling rates during sinter-hardening and that the full hardening potential of the MP56 alloy is achieved for lower cooling rates than the MP52 and MP55, particularly for lower densities.

3.4.3 Microstructural observations

The microstructure of all samples was characterized by optical and scanning electron microscopies. Figures 3.7 a), b) and c) show the effect of increasing the amount of alloying elements from MP52 to MP55 and MP56 for a given cooling rate (≅ 10°C) and a given density (≅ 6.6 g/cm^3). In general, the microstructure was constituted of martensite (white phase) and bainite (darker phase). In the case of MP52 cooled at the lowest cooling rate (5 and 8.5 °C/min), pearlite was observed in addition to martensite and bainite. Pearlite was not observed for all other samples of MP52 cooled at larger cooling rates. For MP55 (6.6 g/cm^3), only the sample cooled at the lowest cooling rate (6.5 °C/min) contained pearlite. Finally, pearlite was not observed for the MP56 powder for all cooling rates studied here. This indicates that the nose of the austenite to pearlite transformation domain in the transformation-temperature-time (TTT) diagram moves to longer times as the amount of alloying elements is increased from MP52 to MP55 and MP56. This is consistent with the fact that MP52 has a smaller amount of alloying elements.

SEM micrographs taken at higher magnifications in figures 3.8 and 3.9 allow to distinguish fine pearlite and bainite. The sample used to show fine pearlite in figure 3.8 was MP52 pressed to a density of 6.6 g/cm^3 and cooled at a rate of 5 °C/min and the one used to show bainite was MP52 (6.6 g/cm^3) cooled at a rate of 10 °C/min.

On the other hand, the effect of cooling rate on the microstructure is shown in figures 3.10 a), b) and c) in the case of MP55 pressed at a density of 6.9 g/cm^3. These microstructures show that an increase in cooling rate from 6 to 8.5 and 10.5 °C/min leads to a significant increase in the amount of martensite (39, 53 and 65 % martensite).

3.4.4 Hardness-cooling rate-microstructure diagrams

Table 3.3 gives the results of detailed stereological measurements carried out for the three alloys and all conditions which served to establish hardness-cooling rate-microstructure diagrams. The hardness measured for different cooling rates and the stereological measurements given in Table 3.3 can be combined to produce diagrams relating the hardness to the cooling rate and the microstructure. This diagram is shown in figure 3.11 for alloy MP52 pressed at three densities. It allows to determine the cooling rate required to achieve a desired hardness of the part of a given density. It also allows to determine the corresponding microstructure of the part for this hardness value. For example, a part of MP52 cooled at a rate of 15°C/min (density of 6.6 g/cm^3) would have a hardness of 24 HRC and would contain ≅ 40% martensite. Figures 3.12 and 3.13 show these diagrams for MP55 and MP56 alloys. As seen, figures 3.11 to 3.13 show the effect of increasing the amount of allowing element from MP52 to MP55 and MP56 for a given cooling rate (≅ 10°C/min) and a given density (≅ 6.6 g/cm^3).

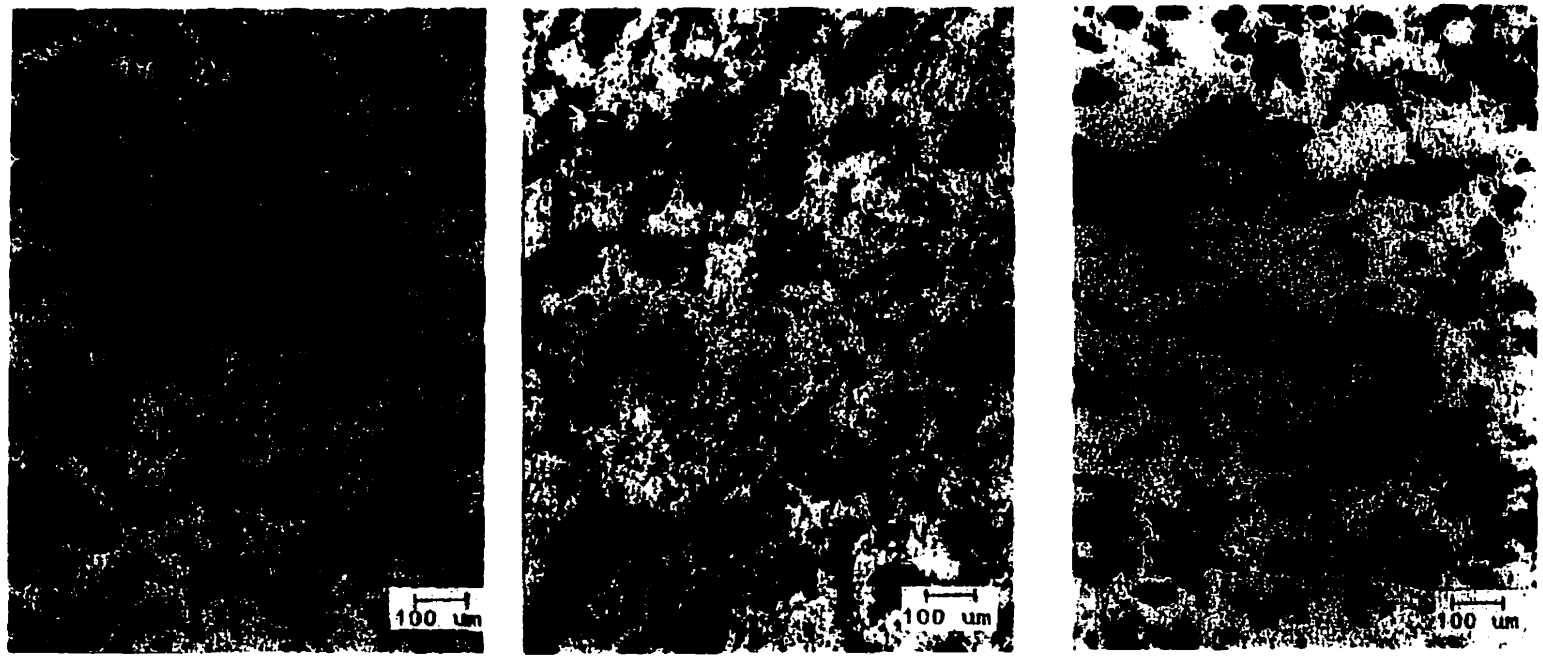


Figure 3.7

a) : Optical micrograph of MP52 (6.6 g/cm^3) cooled at a rate of 10 °C/min showing martensite (white phase) and bainite (darker phase). (100 X)

b) : Optical micrograph of MP55 (6.6 g/cm^3) cooled at a rate of 10 °C/min. The amount of martensite is increased compared to figure 3.7 a) (from 39 % to 60 %). (100 X)

c) : Optical micrograph of MP56 (6.6 g/cm^3) cooled at a rate of 10.5 °C/min. The amount of martensite is now 70 %. (100 X)

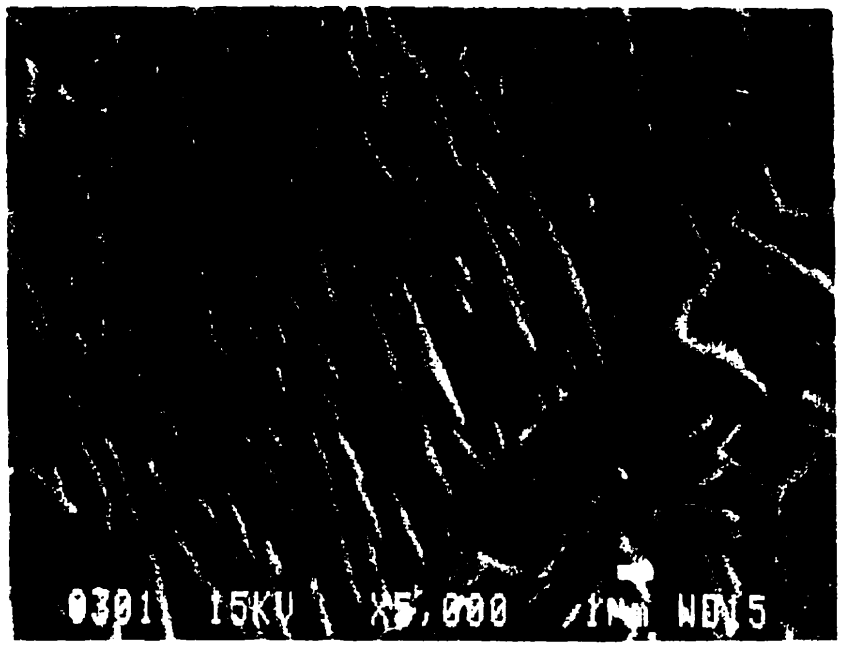


Figure 3.8 : Secondary scanning electron micrograph of fine pearlite of MP52 alloy ($6.6\ g/cm^3$) cooled at a rate of 5 °C/min. (5000 X)

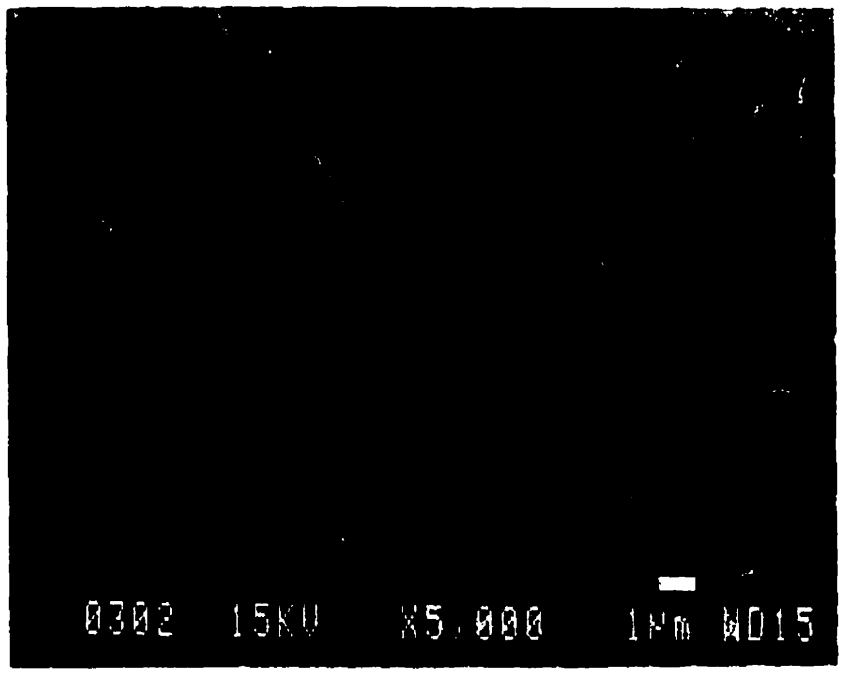


Figure 3.9 : Secondary scanning electron micrograph of bainite of MP52 alloy ($6.6\ g/cm^3$) cooled at a rate of 10 °C/min. (5000 X)

On the other hand, the effect of cooling rate on the microstructure is shown in figures 3.10 a), b) and c) in the case of MP55 pressed at a density of 6.9 g/cm^3. These microstructures show that an increase in cooling rate from 6 to 8.5 and 10.5 °C/min leads to a significant increase in the amount of martensite (39, 53 and 65 % martensite).

3.4.4 Hardness-cooling rate-microstructure diagrams

Table 3.3 gives the results of detailed stereological measurements carried out for the three alloys and all conditions which served to establish hardness-cooling rate-microstructure diagrams. The hardness measured for different cooling rates and the stereological measurements given in Table 3.3 can be combined to produce diagrams relating the hardness to the cooling rate and the microstructure. This diagram is shown in figure 3.11 for alloy MP52 pressed at three densities. It allows to determine the cooling rate required to achieve a desired hardness of the part of a given density. It also allows to determine the corresponding microstructure of the part for this hardness value. For example, a part of MP52 cooled at a rate of 15°C/min (density of 6.6 g/cm^3) would have a hardness of 24 HRC and would contain ≅ 40% martensite. Figures 3.12 and 3.13 show these diagrams for MP55 and MP56 alloys. As seen, figures 3.11 to 3.13 show the effect of increasing the amount of allowing element from MP52 to MP55 and MP56 for a given cooling rate (≅ 10°C/min) and a given density (≅ 6.6 g/cm^3).

Table 3.3 Results of the stereological measurements obtained for the MP52, MP55 and MP56 alloys pressed at three densities and cooled at different rates.

Alloy	Cooling rate from 550 to 350°C in (°C/min) for three densities			Martensite (%)			Bainite (%)			Pearlite (%)			Undefined (%)		
	6,6 g/cm³	6,8 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	6,8 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	6,8 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	6,8 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	6,8 g/cm³	7.1 g/cm³
MP52	5.0	5.5	6.0	-	-	-	15	13	16	80	78	80	5	5	4
	8.0	7.5	8.5	-	5	10	35	25	44	60	66	41	5	4	5
	10.0	9.0	9.5	39	39	40	56	56	57	-	-	-	5	5	3
	14.5	14.0	14.0	40	42	43	54	54	53	-	-	-	6	4	4
	19.0	18.0	17.5	45	50	55	49	45	42	-	-	-	6	5	3
	23.5	22.0	21.0	56	60	60	39	35	36	-	-	-	5	5	4
	26.0	25.0	24.0	73	71	72	21	25	24	-	-	-	6	5	4
	28.5	35.0	30.0	74	75	76	21	15	21	-	-	-	5	5	3
	33.0	-	-	76	-	-	19	-	-	-	-	-	5	-	-
MP55	6,6 g/cm³	6,9 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	6,9 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	6,9 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	6,9 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	6,9 g/cm³	7.1 g/cm³
	6.5	6	6.5	18	22	24	72	74	73	5	-	-	5	4	3
	8.0	8.5	9.5	45	53	60	51	44	37	-	-	-	4	3	3
	10.0	10.5	13.0	60	65	77	35	30	20	-	-	-	5	5	3
	12.5	12.5	17.0	66	70	79	29	26	17	-	-	-	5	4	4
	16.0	15.5	20.5	72	75	84	23	21	13	-	-	-	5	4	3
	22.0	21.5	22.5	78	80	85	17	15	11	-	-	-	5	5	4
	25.0	25.0	30.0	81	82	88	13	14	8	-	-	-	6	4	4
	29.0	30.0	35.0	85	87	90	10	10	7	-	-	-	5	3	3
	35.0	35.0	42.0	87	88	91	8	8	5	-	-	-	5	4	4
MP56	6,6 g/cm³	7.0 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	7.0 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	7.0 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	7.0 g/cm³	7.1 g/cm³	6,6 g/cm³	7.0 g/cm³	7.1 g/cm³
	6.0	5.0	5.0	17	19	20	77	77	77	-	-	-	6	4	3
	7.5	6.5	9.5	40	38	65	61	59	32	-	-	-	5	3	3
	10.5	9.5	10.5	70	60	72	25	35	24	-	-	-	5	5	4
	12.0	12.5	12.0	71	74	74	24	21	23	-	-	-	5	5	3
	16.5	17.0	15.0	75	77	75	20	20	22	-	-	-	5	3	3
	25.0	20.0	18.5	80	79	81	15	17	16	-	-	-	5	4	3
	35.0	24.5	22.5	86	80	84	10	16	12	-	-	-	4	4	4
	-	30.0	24.0	-	82	86	-	14	11	-	-	-	-	4	3
	-	44.5	36.5	-	87	92	-	9	5	-	-	-	-	4	3

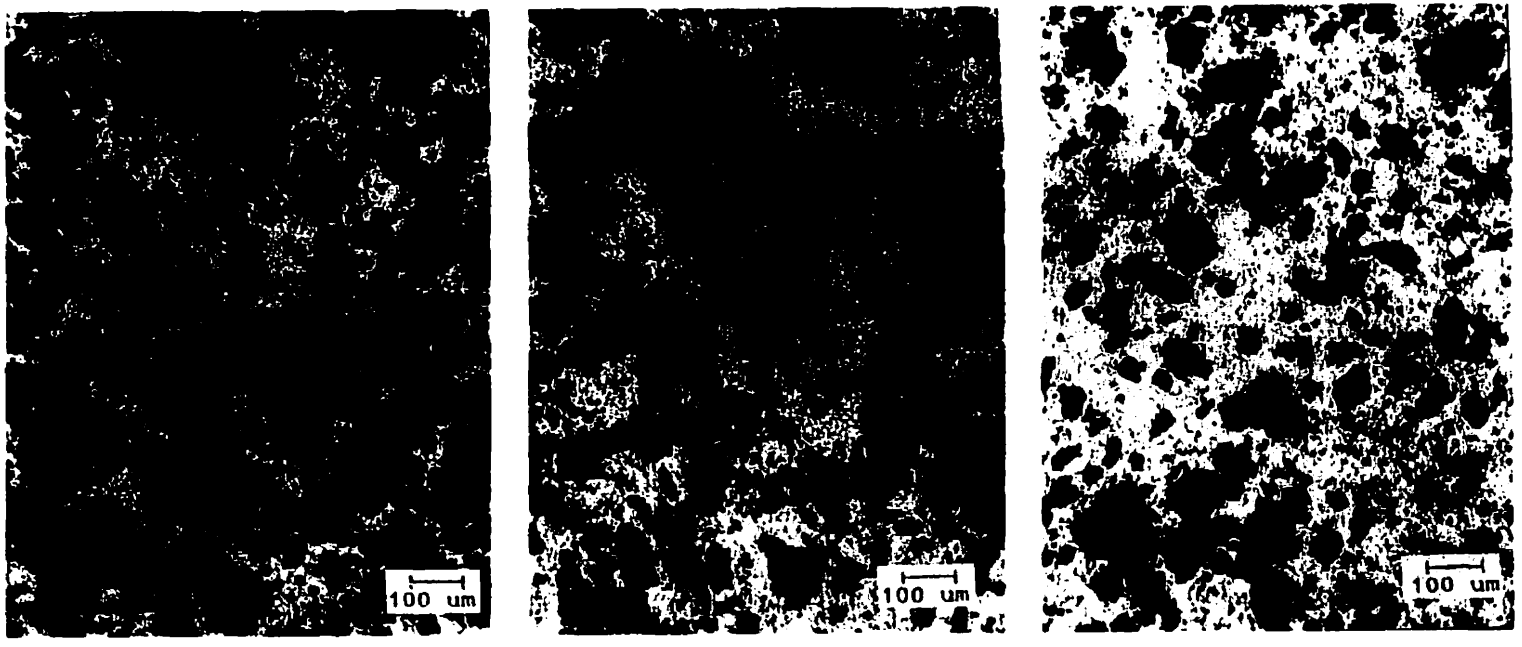


Figure 3.10

a) : Optical micrograph of MP55 (6.9 g/cm^3) cooled at a rate of 6 °C/min showing martensite (white phase) and bainite (darker phase). The amount of martensite is 39 %. (100 X)

b) : Optical micrograph of MP55 (6.9 g/cm^3) cooled at a rate of 8.5 °C/min. The amount of martensite is now 53 %. (100 X)

c) : Optical micrograph of MP55 (6.9 g/cm^3) cooled at a rate of 10.5 °C/min. The amount of martensite is 65 %. (100 X)

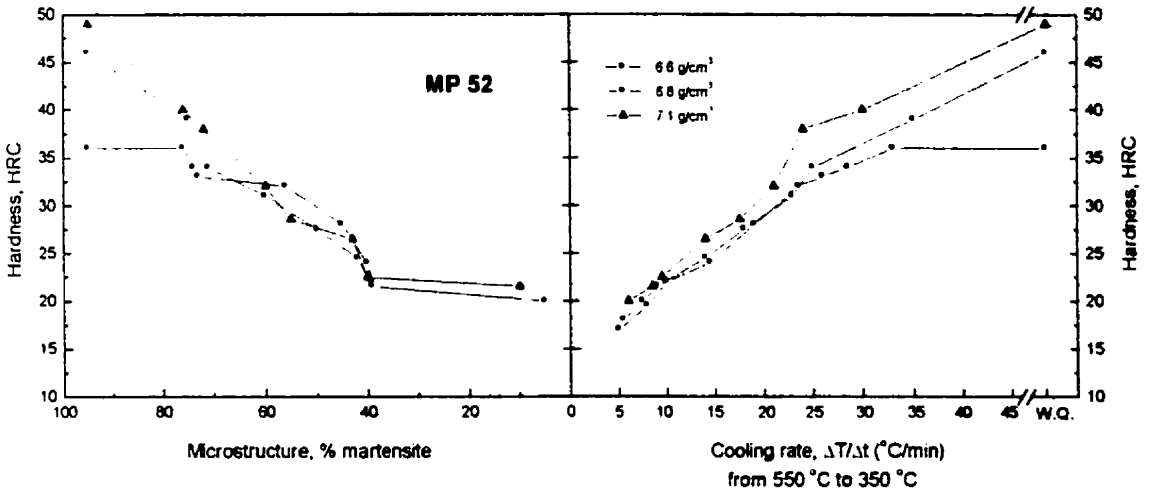


Figure 3.11 : Diagrams showing the hardness and the microstructure of MP52 sintered parts as a function of cooling rate (measured in the samples) .

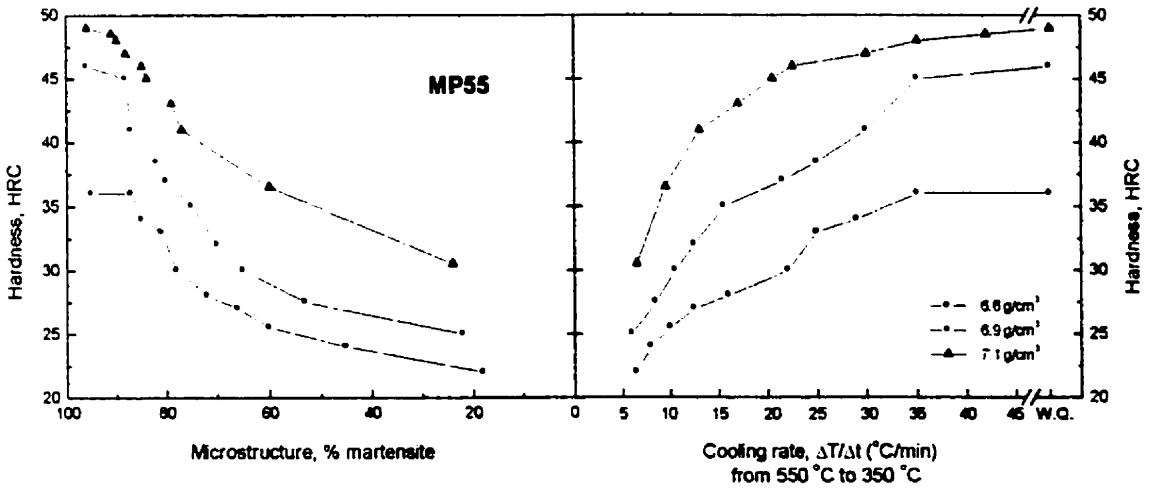


Figure 3.12 : Diagrams showing the hardness and the microstructure of MP55 sintered parts as a function of cooling rate (measured in the samples).

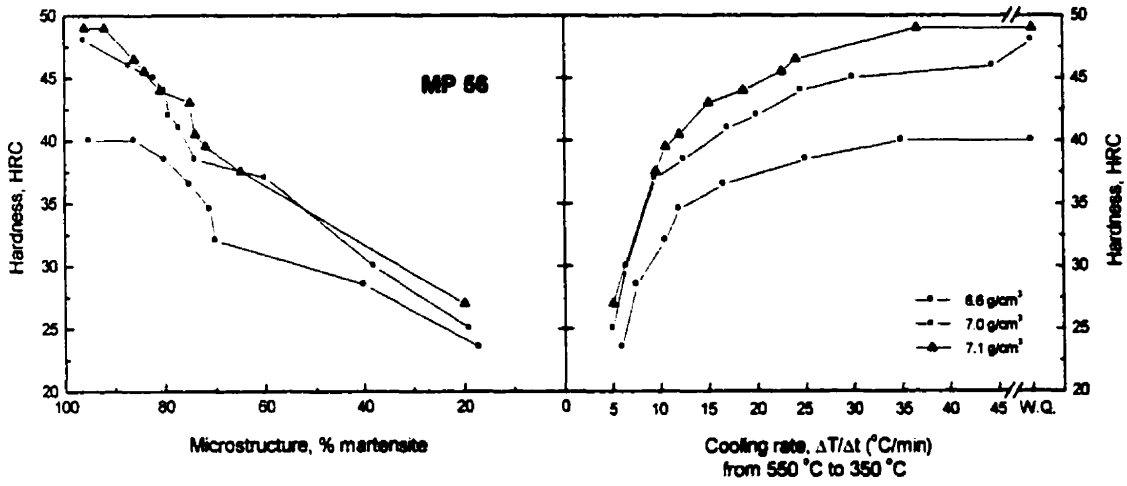


Figure 3.13 : Diagrams showing the hardness and microstructure of MP56 sintered parts as a function of cooling rate (measured in the samples).

3.4.5 Internal sample cooling rate vs external cooling rate diagrams - the effect of density

Density has a strong effect on the heat treatment response of powder metal parts. This is because the response of a metal to heat treatment depends on its heat conductivity which in turn is a function of surface area. The surface area of lower density parts is larger due to internal porosities which reduces the heat dissipation characteristics of the material

and therefore its hardenability. H. Ferguson studied the effect of density on the case depth of pure iron powder slugs pressed to different densities (6.0 to 6.8 g/cm^3) [2]. The slugs were carbonitrided at 770°C (1418°F) for 30 minutes and oil quenched. He found that the case depth became larger for lower density material due to the greater amount of porosity which allows for deeper gas penetration. Surface hardness, however, decreased with decreasing density and was interpreted as a result of the poor heat conductivity of the material. Similarly, the hardenability of lower density material was lower as indicated by the surface hardness and the hardening depth of modified Jominy bars.

In the case of sinter-hardening porous metal parts for which we are trying to eliminate oil quenching, we wish to know the hardenability of the parts as a function of the cooling rate in the furnace atmosphere around the parts and their density. The sinter-hardenability can then be defined as the hardness of the part achieved under certain conditions of external cooling rate and part density and it can be determined using two pieces of information. First the relationship between the internal cooling rate in the sample and the external cooling rate in the furnace environment established for specific operating conditions. Second the relationship between the cooling rate in the sample and its hardness and microstructure i.e. the hardness-cooling rate-microstructure diagrams. Thus figure 3.14 shows an example of the relationship between the internal cooling rate measured in the sample as a function of the external cooling rate measured during our experiments for alloy MP55 pressed at three different densities. This diagram and the hardness-cooling rate-microstructure diagrams (figure 3.12) can be used to illustrate the

determination of the effect of density on sinter-hardenability of parts of MP55. Considering an external cooling rate of 36°C/min, figure 3.14 shows that the internal cooling rate in samples of a density of 6.6, 6.9 and 7.1 g/cm^3 would be 28, 30 and 34 °C/min respectively. Figure 3.12 then shows that such cooling rates would result in parts with hardness values of 34, 41 and 48 HRC respectively and containing 83, 87 and 89 % of martensite. Although the effect is small for the range of densities studied here (6.6 to 7.1 g/cm^3), the results clearly show that lower density parts are associated with lower internal cooling rates, lower hardness values and smaller amounts of martensite.

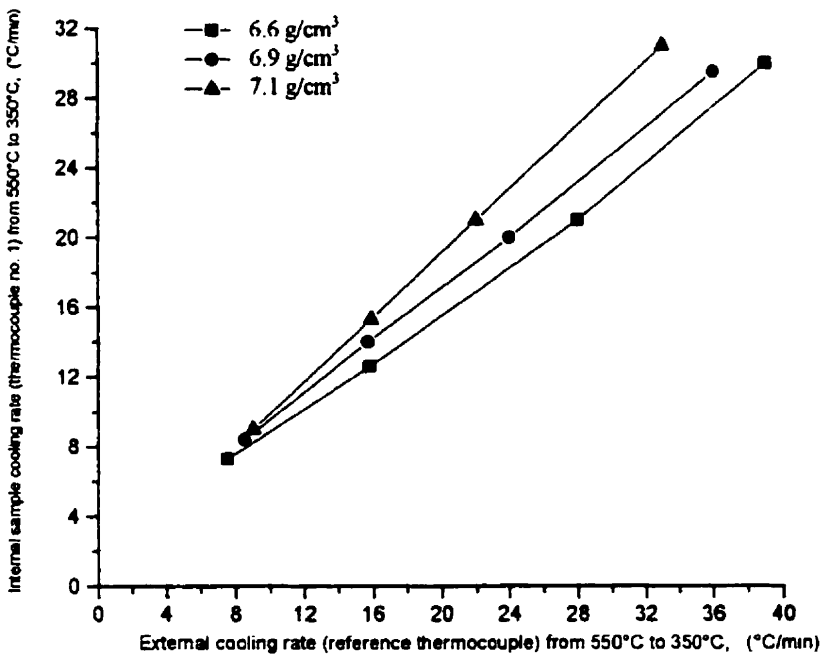


Figure 3.14 : Diagrams showing the cooling rate measured in the sample as a function of the external cooling rate of sintered parts of MP55.

3.5 CONCLUSIONS

1. A method recently developed to determine the sinter-hardenability of powders has been improved to generate the information more rapidly and cost effectively. The technique uses five thermocouples along a 10.16 cm (4") long sample to measure internal cooling rates to which specific areas of the sample are submitted. The hardness and the microstructure of the same areas are also characterized allowing to construct hardness-cooling rate-microstructure relationships for parts made of a given powder and/or density.

2. The technique was successfully applied to commercial powders (MP52, MP55 and MP56) and allowed to demonstrate the effect of alloying addition on sinter-hardenability. Thus, cooling rates larger than 15°C/min in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) allowed to achieve the full hardening potential of MP55 and MP56 powders.

3. The technique can also be used to evaluate the effect of density on sinter-hardenability by measuring the external cooling rate in the environment around the sample and determining the relationship between this external cooling rate and the internal sample cooling rate for specific operating conditions.

4. The results obtained showed that lower densities lead to lower sinter hardenabilities as indicated by lower hardness values and smaller amounts of martensite. The effect, however, is small for the range of densities (6.6 to 7.1 g/cm^3) investigated here. Further work is required to establish relationships for a wider range of density.

3.6 ACKNOWLEDGMENTS

The authors wish to thank Ms. Elise Campeau and Mr. Jacques Desrochers for the preparation of the manuscript and figures. They also wish to thank Mr. Jean Claudinon, Benoit Deschênes, Jocelyn Gingras, Philippe Plamondon and René Veillette for sample preparation.

3.7 REFERENCES

[1] G. L'Espérance et al., Evaluation of the hardenability, microstructure and properties of various sinter-hardening alloys, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, vol. 8, 1995, MPIF, Princeton, N.J.

[2] H. Ferguson, Introduction to the heat treatment of sintered steel parts, Powder Metallurgy International, vol. 4, no. 2, 1972, pp. 85-93.

3.8 CONCLUSION

L'amélioration d'une technique d'évaluation de l'autotrempabilité qui permet d'évaluer la vitesse de refroidissement des pièces autotrempantes a été réalisée. Les observations suivantes ont pu être tirées :

- Les modifications apportées à la méthode d'évaluation de l'autotrempabilité permettent de générer les résultats plus rapidement. Cette technique utilise cinq thermocouples insérés à l'intérieur d'un échantillon cylindrique de 4 pouces de longueur permettant de mesurer les taux de refroidissement internes. La dureté et la microstructure de ces cinq régions sont caractérisées pour ainsi permettre la construction de diagrammes de mise en œuvre (dureté apparente-taux de refroidissement-microstructure);

- Cette technique a été appliquée sur des poudres commerciales (MP52, MP55 et MP56) d'un niveau de trempabilité différent, ce qui a permis d'évaluer l'effet des éléments d'addition sur l'autotrempabilité. Des taux de refroidissement supérieurs à 15°C/min dans l'intervalle de température compris entre 550°C à 350°C (1022°F à 662°F) permettent d'atteindre le plein potentiel de durcissement des poudres MP55 et MP56;

- Cette technique peut également être utilisée afin d'évaluer l'effet de la densité sur l'autotrempabilité en mesurant le taux de refroidissement externe des échantillons avec un thermocouple attaché à l'extérieur de ceux-ci. La comparaison des taux de refroidissement internes (des échantillons pressés à trois niveaux de densité) et externes (de l'atmosphère du four) permet alors de déterminer l'effet de la densité;

- Les résultats obtenus démontrent que les échantillons de basses densités ont une dureté et une proportion de martensite inférieures et donc une faible autotrempabilité. Cependant, l'effet de la densité devrait être analysé dans des travaux ultérieurs pour un intervalle de densité plus grand;

- Les diagrammes de mise en œuvre développés permettent de déterminer le taux de refroidissement optimal pour atteindre le plein potentiel de durcissement et peuvent être utilisés par les fabricants de pièces autotrempantes pour optimiser les paramètres du frittage et spécifier le type de mélanges de poudres nécessaire pour parvenir à la microstructure et les propriétés de pièces désirées.

CHAPITRE 4

EFFECT OF MASS/CROSS SECTIONAL THICKNESS ON SINTER-HARDENING OF TWO PREALLOYED STEELS OF DIFFERENT HARDENABILITY

H. Ferguson*, G. L'Espérance **†, E. Duchesne** and A.F. de Rege †

* Metal Powder Products Co., Technical Resource Center, 325 Jay Street, Coldwater, 49036, USA.

** Centre for Characterization and Microscopy of Materials, $(CM)^2$, Ecole Polytechnique de Montréal, P.O. Box 6079, Station "centre-ville", Montréal, Québec, H3C 3A7, Canada.

† Domfer Metals Powders Ltd, 6090, Boul. Newman, Ville Lasalle (Québec), H8N 2S3, Canada

Presented at PM^2TEC 1997 and published in
Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, vol. 2, pp.14-67 to 14-80.

4.1 INTRODUCTION

Avec un nombre croissant d'applications nécessitant des pièces autotrempantes, de nombreuses questions sont soulevées concernant la dépendance de la masse et la densité de la pièce sur l'autotrempabilité. L'article présenté dans ce chapitre porte sur l'étude de l'effet de la masse et de la densité sur l'autotrempabilité de deux poudres d'un niveau de trempabilité différent (MP52 et MP55 de Domfer). Les deux mélanges de poudres pressés à trois niveaux de densité sous la forme de cylindres de cinq masses différentes sont frittés dans un four industriel équipé d'un système de refroidissement rapide.

La méthodologie développée en laboratoire (présentée au chapitre 3) pour évaluer l'autotrempabilité des matériaux fabriqués par métallurgie des poudres est également validée dans un contexte industriel. Un thermocouple inséré au centre des pièces cylindriques et un autre attaché à l'extérieur des pièces permettent d'obtenir les profils thermiques des pièces et de l'atmosphère du four. Suite à l'obtention du taux de refroidissement (par analyse des profils thermiques), la dureté et la microstructure des pièces sont évaluées afin de permettre la construction de diagrammes de mise en œuvre dureté-taux de refroidissement-microstructure et dureté-masse-microstructure. Une approche industrielle développée afin de caractériser l'autotrempabilité de mélanges de poudres donnés à partir d'échantillons de géométrie simple (kit de trempabilité) est ensuite présentée. Cette approche unique permet l'évaluation de la vitesse de refroidissement des fours de frittage des fabricants de pièces à partir des diagrammes de

mise en œuvre. Une section prévue sur la validation et l'approche industrielles est également présentée dans le chapitre 4.

4.2 INTRODUCTION

Sinter-hardening is rapidly gaining popularity in applications requiring high strength and high hardness immediately after sintering. This manufacturing route has proved to be cost effective for a number of parts since it eliminates the need for quenching of the parts after sintering. Prealloyed powders have proven to be useful for this purpose. For these low alloy powders, the ability to promote the formation of martensite or/and bainite during cooling after sintering is the most important factor to optimize the microstructure and therefore the properties of the sintered parts.

In terms of processing, the cooling rate after sintering, the prealloy content and the mix composition will determine the ability of a material to transform to martensite or/and bainite. It is therefore important to know the cooling rate and alloy content which will lead to the required hardenability for a part of a given mass and density. Thus, a mix with the appropriate amount of copper and graphite will exhibit sufficient hardenability for relatively large parts and standard sintering conditions. For larger parts, a higher alloy content powder or a rapid cooling furnace will still allow sinter-hardening. In the case when a rapid cooling furnace is available, a lower alloy content powder can be used thus making the process cost effective.

In two previous studies [1, 2], a simple method was developed to determine in the laboratory the effect of cooling rate, density and alloy content on the hardness and

microstructure of sintered parts. Results were presented for three prealloyed powders pressed to three densities. The method was based on the measurement of the cooling rate using thermocouples embedded in the sample. The sample was then sectioned and the microstructure characterized and the hardness measured at the same position where the cooling rate was determined. Diagrams relating the hardness and the microstructure to the alloy content and the cooling rate experienced by the sample were plotted. These results proved very useful to establish the cooling rate and material composition required to optimize properties at the lowest material cost possible.

Other processing parameters that strongly influence sinter-hardenability are the mass and the density of the parts. In this study, a series of experiments were conducted at several MPP operating companies in conjunction with Domfer Metal Powders to measure the sinter-hardenability of test slugs of varying mass. Two powders of different hardenability and conventional 20 inch belt production furnaces equipped with a rapid cooling system were used. The objective of the work was to determine the effect of alloy content and mass on sinter-hardenability in the case of production runs. Another objective was to determine the validity of the methodology initially developed in the laboratory to production parts.

4.3 EXPERIMENTAL PROCEDURES

4.3.1 Materials and sample geometry for production trials

Two prealloyed grades currently produced by Domfer having a different degree of hardenability were considered for this work: MP52 and MP55. The base powders were mixed with 2 w/o Cu, 1 w/o graphite and 0.75 w/o lubricant (Zn stearate) and the sintered compositions reported in table 4.1 were obtained.

Table 4.1 : Sintered compositions obtained for MP52 and MP55 powders investigated in this work.

	C (w/o)	Mo (w/o)	Ni (w/o)	Mn (w/o)
MP52	0.78	0.68	0.44	0.44
MP55	0.80	0.73	1.80	0.50

The powders were compacted into cylindrical samples of five different sizes. Here with these cylindrical samples, we are using mass to evaluate the effect of cross sectional thickness which is the primary variable in determining hardenability requirements for a given application. The effect of mass was evaluated for a fixed density (6.8 g/cm^3) for

both alloys. Table 4.2 gives the dimensions and mass of the samples used for the production trials.

Table 4.2 : Slugs characteristics of MP52 and MP55 powders.

Powder	Sintered at	Mass (g)	Diameter (in)	Height (in)	Density (g/cm^3)
MP55	MPP	139	1 1/4	1	6.8
MP52	MPP	139	1 1/4	1	6.8
MP55	MPP	750	2	2 1/8	6.8
MP52	MPP	750	2	2 1/8	6.8
MP55	MPP	1250	2 3/8	2 1/2	6.8
MP52	MPP	1250	2 3/8	2 1/2	6.8
MP55	MPP and VPQF	1700	3	2 1/8	6.8
MP52	MPP and VPQF	1700	3	2 1/8	6.8
MP55	MPP	2375	3	3	6.8

4.3.2 Production sintering furnaces and thermal profiles in the samples

Samples were sintered at MPP in industrial furnaces equipped with rapid cooling systems (see table 4.2). The atmosphere used was a mixture of N_2 + 10 % H_2 and the sintering temperature was set at 1137°C (2080°F). For the larger mass evaluation, some of the 3'' x 2 1/8'' slugs were processed in a vacuum pressure quench furnace (VPQF) to see the effect of high cooling rates for large mass parts.

The temperature profile experienced by the samples was measured by inserting a thermocouple in the middle of some samples. In this way, the cooling rate of the sample could be measured over any temperature range of interest and related to the hardness and microstructure of the sample (see next section). Another thermocouple was attached to the outside of the sample in order to measure the temperature profile in the furnace atmosphere surrounding the sample. This was useful to compare the thermal profile in the furnace atmosphere to that in the sample and thus obtain an indication of the effect of mass on cooling profiles. Figure 4.1 shows the arrangement of the different samples on the belt during the production runs as well as the position of the different thermocouples used.

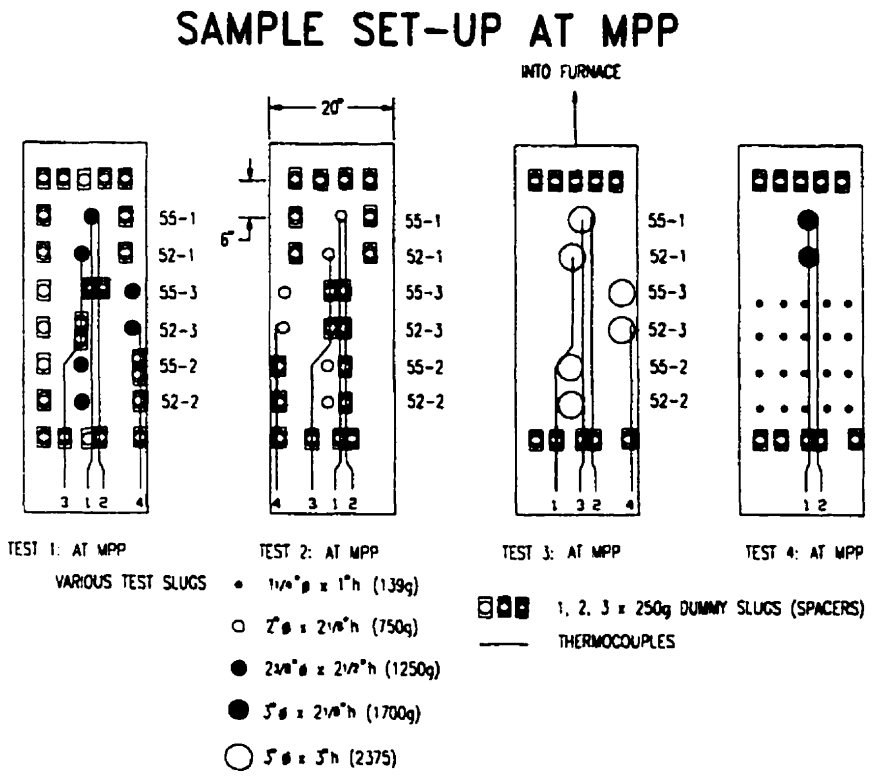


Figure 4.1 : Sample set-up for the tests at Metal Powder Products (MPP).

4.3.3 Microstructural characterization and hardness - mass - microstructure diagrams

The microstructure of the samples was characterized by optical and scanning electron microscopies. The samples were first sectioned using a water jet to prevent heating and tempering of the microstructure. The cross sections were then ground and polished with a 1 μm alumina slurry. The optical microscope used was a Zeiss Panphot II and the SEM used was a JEOL JSM-840 coupled to an ultra thin window (UTW) X ray energy

dispersive spectrometer (EDS). The percentage of porosity was measured using a Clemex 1024 image analysis system on as-polished sections. The amount of each phase present (martensite, bainite and pearlite) was determined using a template and point counting on samples etched in a solution containing equal amounts of 4% Nital and 3% Picral.

The hardness of the samples was measured in the same area where the microstructure was characterized and the cooling rate measured. In this way the hardness and the microstructure of the samples could be related to the cooling rate after sintering and to their mass. This allowed to plot an hardness-cooling rate-microstructure diagram and an hardness-mass-microstructure diagram. In addition, hardness profiles were measured along the length (top to bottom) and along the radius of the samples to determine the uniformity of sinter-hardening.

4.4 RESULTS AND DISCUSSION

4.4.1 Microstructural characterization

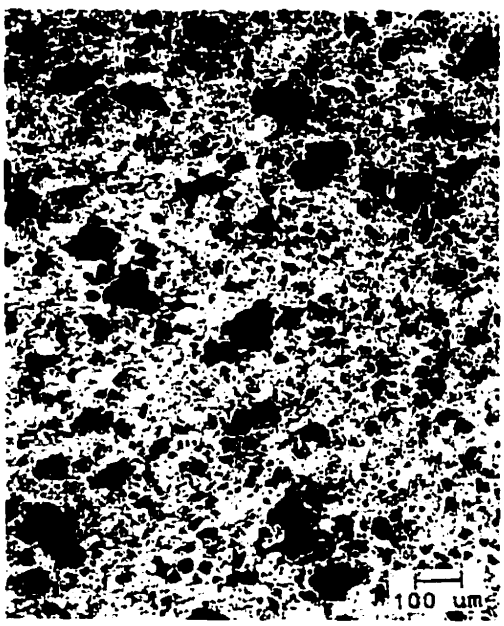
The microstructure of all samples was characterized by optical and scanning electron microscopies and the amount of each phase determined by quantitative stereology. As is usual for these sinter-hardening alloys, the microstructure consists of martensite, bainite and occasionally pearlite. The amount of each phase was a function of cooling rate and alloy composition with the amount of martensite increasing with increasing alloy content and increasing cooling rate in the continuous cooling cycles used in this work. This is consistent with the previous studies carried out with these alloys for which ≈ 75% of bainite could be obtained for relatively low cooling rates (5°C/min) whilst 80% martensite was obtained for relatively larger cooling rates (> 30°C/min, i.e. > 55°F/min) in the temperature range from 550 °C to 350 °C (1022°F to 662°F) [1, 2].

In this work, the mass of the samples was varied for two alloy content powders processed in industrial furnaces. Figures 4.2 a) to 4.2 d) show the microstructure of slugs of MP55 of increasing mass from 139 g (Figure 4.2 a)) to 1700 g (Figure 4.2d)) and Figure 4.3 shows the microstructure of a 139 g MP52 slug. All the slugs in these figures were pressed to a density of 6.8 g/cm^3 and were cooled at a rate of ≅ 30 °C/min (≅ 55°F/min) in the temperature range from 550 °C to 400 °C (1022°F to 752°F). The microstructure of

all these slugs was mainly constituted of martensite (≥ 75%) as shown in table 4.3 which gives the results of the quantitative stereological measurements. Again this is in agreement with our previous laboratory work in which more than 75% of martensite was obtained when samples of these powders were cooled at a rate > 30 °C/min (> 55°F/min) in the temperature range from 550 °C to 400 °C (1022°F to 752°F).

a) 139 g MP55 slug (81 % martensite)

b) 750 g MP55 slug (78 % martensite)



c) 1250 g MP55 slug (77 % martensite)

d) 1700 g MP55 slug (83 % martensite)

Figures 4.2 a) to d) : Optical micrographs of slugs of MP55 of increasing mass from 139 g (Figure 4.2 a)) to 1700 g (Figure 4.2 d)) (100 X).

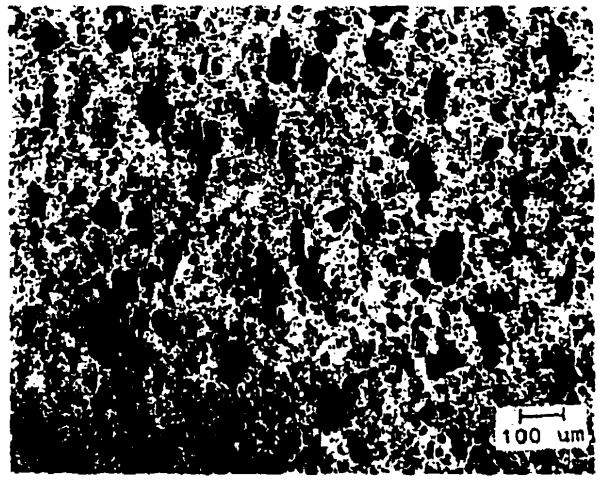


Figure 4.3: Optical micrograph of a 139 g MP52 slug (6.8 g/cm^3) cooled at a rate of ≈ 30°C/min. (100 X).

Table 4.3 : Hardness, cooling rate and stereological measurements.

Sample identification		Size (inch) and Mass (g)	Martensite (%)	Bainite/Pearlite (%)	Porosity (%)	Hardness (HRC)	ΔT/Δt (550 to 400°C)
MPP	Top		75	15	10	37 (69 HRA)	
(MP52)	Center	1 1/4"Ø x 1 " h	74	15	11	36 (68 HRA)	>> 30.6 °C/min
6.8 g/cm3	Bottom	139 g	74	16	10	37 (69 HRA)	(not measured)
MPP	Top		82	7	11	41 (71 HRA)	
(MP55)	Center	1 1/4"Ø x 1 " h	81	8	11	43 (71 HRA)	>> 30.6 °C/min
6.8 g/cm^3	Bottom	139 g	80	8	12	41 (71 HRA)	(not measured)
MPP	Top		77	11	12	35 (68 HRA)	
(MP55)	Center	2"Ø x 2 1/8" h	78	10	12	37 (69 HRA)	31.2 °C/min
6.8 g/cm^3	Bottom	750 g	79	10	11	34 (67 HRA)	
MPP	Top		79	10	11	34 (67 HRA)	
(MP55)	Center	2 3/8"Ø x 2 1/2" h	77	12	11	36 (68 HRA)	27 °C/min
6.8 g/cm^3	Bottom	1250 g	76	11	13	34 (67 HRA)	
VPQF	Top		81	6	12	40 (70 HRA)	
(MP55)	Center	3"Ø x 2 1/8" h	83	6	11	43 (72 HRA)	41.7 °C/min
6.8 g/cm^3	Bottom	1700 g	82	8	10	40 (70 HRA)	
MPP	Top		78	12	10	37 (69 HRA)	
(MP55)	Center	3"Ø x 2 1/8" h	76	12	12	35 (68 HRA)	30.6 °C/min *
6.8 g/cm^3	Bottom	1700 g	76	14	10	34 (67 HRA)	

*** The cooling rate for this sample was measured in the MP52 slug and then extrapolated for the MP55 slug.**

4.4.2 Hardness-cooling rate-microstructure and hardness-mass-microstructure diagrams

Our previous work has shown that the temperature range for which the cooling rate was critical for these alloys was from 550 °C (1022 °F) down to 400 °C-350 °C (752 °F-662 °F). Thus, if the cooling rate is sufficiently rapid to avoid the bainite nose in that temperature range of the TTT diagram, austenite will transform to martensite. On the other hand, if cooling is not sufficiently rapid, the cooling curve representing the cooling cycle after sintering will intersect the bainite nose and the microstructure will contain bainite and possibly martensite formed at a lower temperature [1, 2]. In this work, cooling of most of the samples occurred at a rate larger than 30°C/min (≅ 55°F/min). Based on our previous work this cooling rate should allow to almost completely achieve the full hardening potential of MP52 and MP55 and lead to microstructures containing more than 75% and 85% martensite for MP52 and MP55 parts respectively. Thus, Figure 4.4 a) shows the hardness - cooling rate - microstructure diagram for samples of MP55 cooled at rates ≥ 27°C/min (≥ 49 °F/min) after sintering in production furnaces. All the samples have a density of 6.8 g/cm^3 . It should be noted that the mass of the various samples is different and that the samples were not all sintered in the same furnace. The important point, however, is that the cooling rate was measured with a thermocouple located in the same area (center of the sample) for which the hardness was measured and the microstructure characterized. The results show that the hardness of all samples is

large (> 34 HRC) indicating that the hardness is independent of mass and sintering furnace and is strictly a function of the local cooling rate in the part. It follows that the hardness variation in a sinter-hardened part will reflect a variation in cooling rate in the different areas of the part. This is further demonstrated by comparing the results from previous studies obtained in the laboratory with relatively small 1'' x 4'' samples to the results obtained in the current study with various production furnaces. This comparison is made in Figure 4.4 b). Clearly the curve obtained for laboratory samples superimposes almost exactly over the curve obtained for samples of different mass and sintered in the production furnaces. The fact that these two curves superimpose shows that the methodology initially developed in the laboratory to characterize sinter-hardenability based on the knowledge of the local cooling rate can be used to (1) predict the sinter-hardenability in production runs and (2) optimize the processing conditions and the materials selection to achieve the required mechanical properties at a minimum cost.

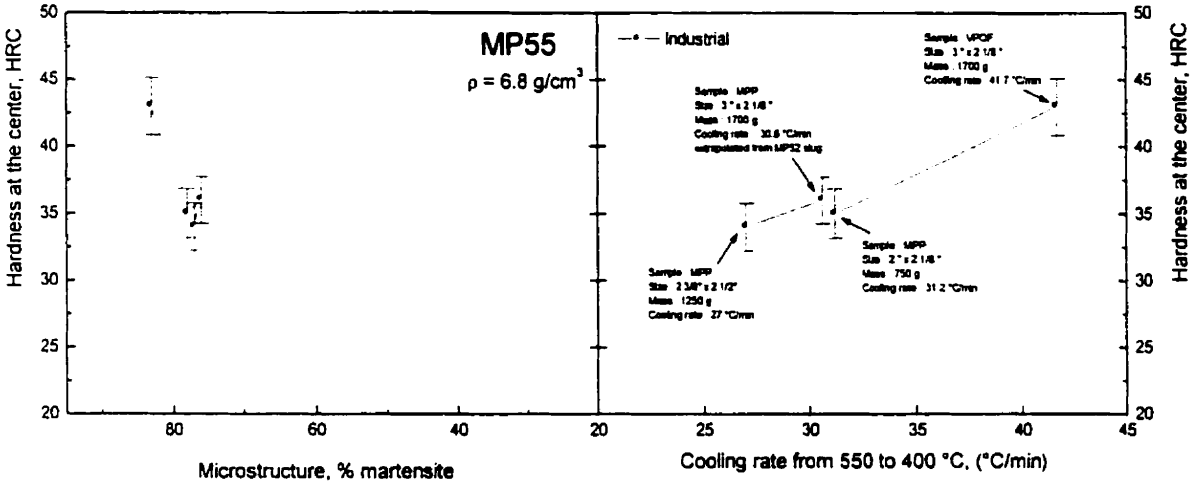


Figure 4.4 a) : Hardness-cooling rate-microstructure diagram for samples of MP55 cooled at rates ≥ 27°C/min (≥ 49 °F/min) after sintering in production furnaces.

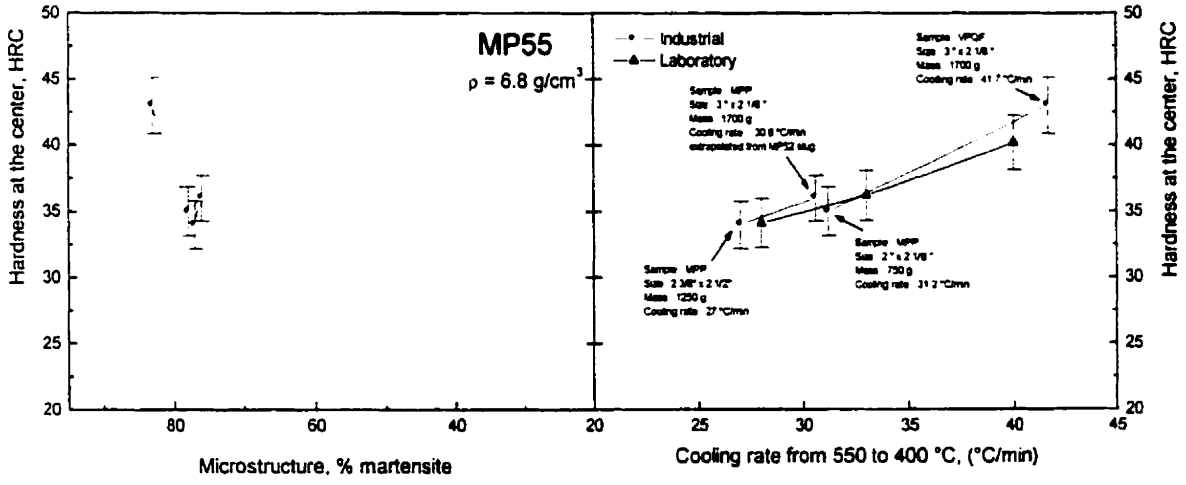


Figure 4.4 b) : Comparison of the results from previous studies obtained in the laboratory to the results obtained in the current study with various production furnaces.

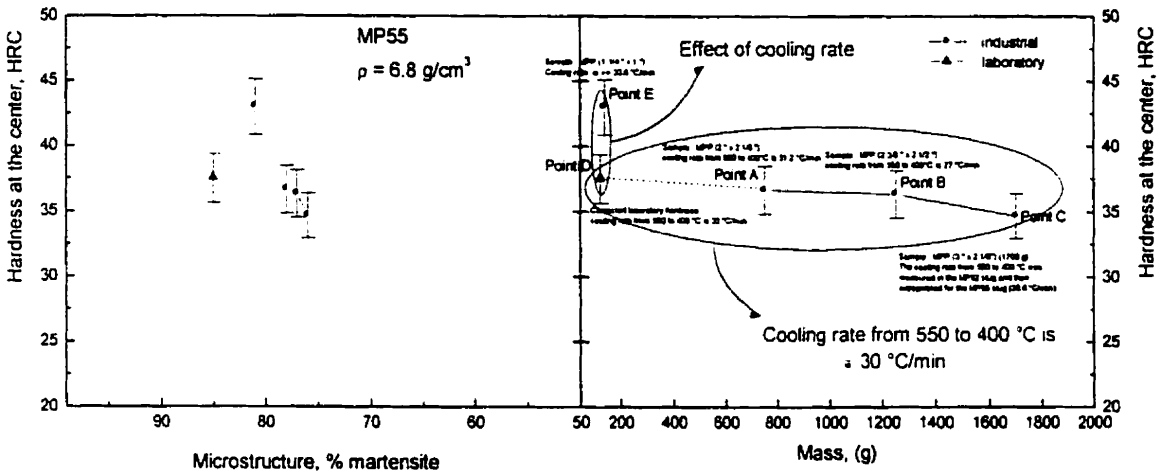


Figure 4.5 : Hardness-mass-microstructure diagram for MP55 slugs of increasing mass (139 g to 1700 g) cooled at a rate of ≈ 30°C/min (≈ 55°F/min).

These results can also be used to plot hardness - mass - microstructure diagrams as shown in Figure 4.5. In this Figure, points A, B and C are for samples of increasing mass (750 g to 1700 g) sintered in two different sintering furnaces and cooled at the same cooling rate of ≈ 30°C/min (≅ 55°F/min). The hardness of these three samples is the same within experimental error (5%). This is because the cooling rate at the center of the three parts where the hardness was measured was the same. This shows that the hardness of parts made from a given composition will be the same provided that the cooling rate is the same and then will be independent of mass. Point D in the Figure was obtained for a 125 g sample sintered in the laboratory and also cooled at a rate of 30°C/min (≅ 55°F/min). Again the hardness is equal (within experimental error) to the hardness of the heavier parts sintered in production furnaces that were cooled at a similar cooling rate (30°C/min,

Again the hardness is equal (within experimental error) to the hardness of the heavier parts sintered in production furnaces that were cooled at a similar cooling rate (30°C/min, i.e. 55°F/min). Finally, point E in the Figure is for a 139 g part sintered in a production furnace but cooled at a rate much larger than 30°C/min (≅ 55°F/min). The larger hardness of this part (≈ 43 HRC) compared to that of the sample of the same mass treated in the laboratory is due to the larger cooling rate (≈ 30°C/min, i.e. ≅ 55°F/min). In summary, the hardness is independent of the mass of the part provided the cooling rate is the same and the hardness of a given part increases for a given mass with increasing cooling rate. Finally, for higher alloy content, the critical cooling rate to achieve maximum hardness decreases.

4.4.3 Hardness and microstructure profiles

Hardness and microstructure profiles in parts are useful because they give an indication of the variation of the properties in the material. In the context of prealloyed sinter-hardening powders which are known to be relatively homogeneous in chemical composition, variations in hardness will reflect variations in local cooling rates. Figure 4.6 shows longitudinal and radial hardness profiles for parts of MP55 of increasing mass. The density and the amount of martensite measured at some points along the profiles are also included. The results show that the hardness is large (> 35 HRC) and constant

throughout all the parts characterized including the 1700 g parts (Figure 4.7). This may be somewhat surprising since it would be expected that a lower cooling rate in the center of the part would lead to lower hardness values in the center than in the outer areas of the parts. However, careful consideration of the cooling rates throughout the parts explains the uniform and constant hardness values observed throughout the parts. The 1700 g part treated under a 2 millibar vacuum (Figure 4.7) for which thermocouples were embedded in the center and outer edge of the part to accurately measure the cooling rate in these two locations serves to show the principle. Thus, table 4.4 gives the cooling rate measured in the middle and near the edge of the 1700 g part as well as in the environment just outside the part. Clearly the largest cooling rate (66.7°C/min, i.e. ≅ 120°F/min) is in the environment near the part. In addition, the cooling rate at the center (41.7 °C/min, i.e. ≅ 75°F/min) is lower than that near the outer edge of the part (55.5°C/min, i.e. ≅ 100°F/min) as would be expected. The important point, however, is that the cooling rate in the middle of the part is still considerably larger than 30°C/min (≅ 55°F/min) which has been shown to be the critical cooling rate required to achieve the full hardening potential of MP55. However, as mass/cross sectional thickness increases, a point will be reached where the critical cooling rate at the center will not be exceeded resulting in lower hardness in the middle compared to the surface of the part. This is because it will be more and more difficult to extract the heat from the center as the mass/cross sectional thickness increases. A similar effect will be observed when the density is decreased for a part of a given mass/cross sectional thickness. It follows that

the effect of increasing mass/cross sectional thickness is analogous to decreasing density. This is shown schematically in figure 4.8. Also as alloy content increases, the critical mass/cross sectional thickness to achieve full hardenability increases.

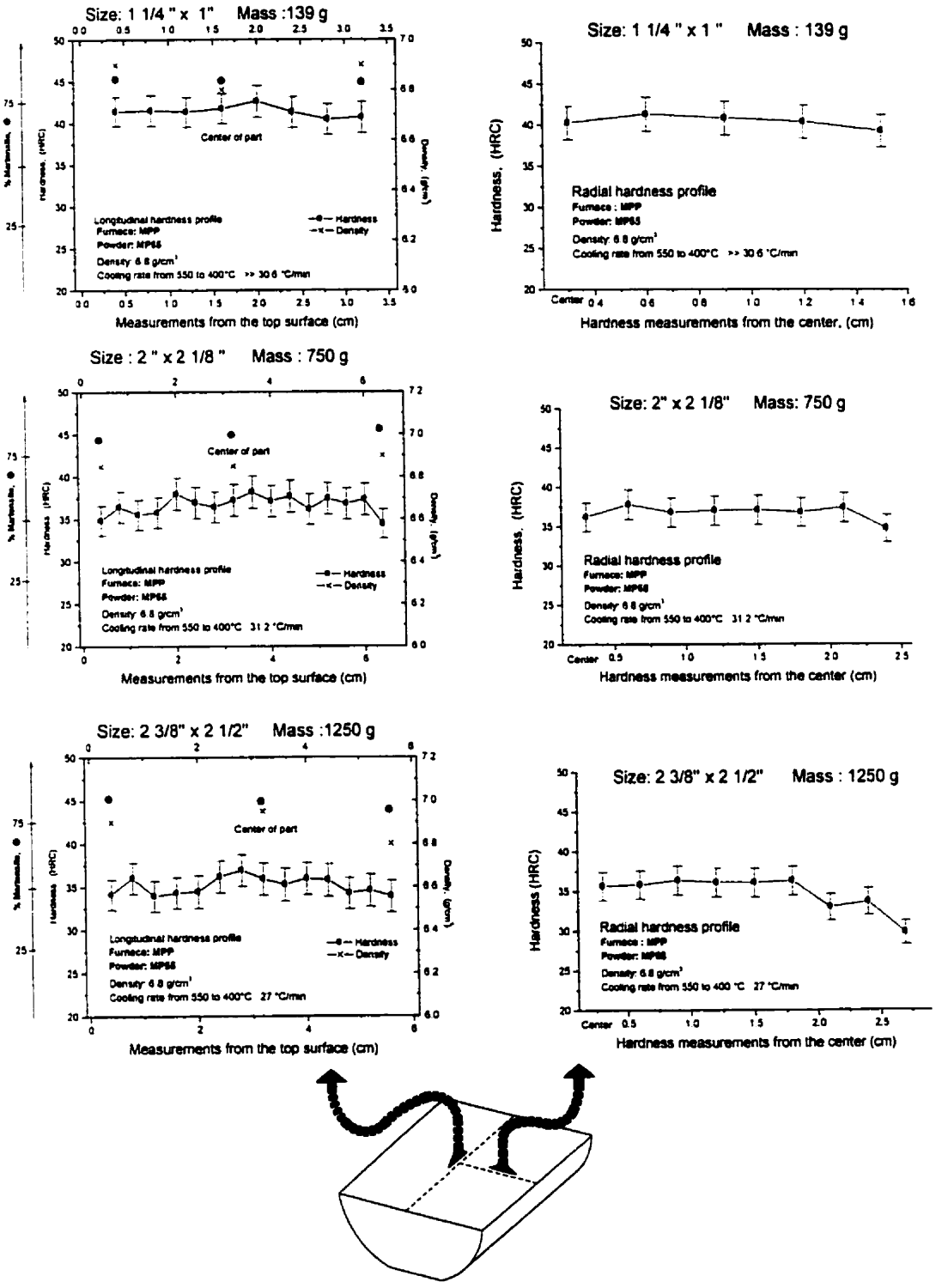


Figure 4.6 : Longitudinal and radial hardness profiles for parts of MP55 of increasing mass (139 g to 1250 g).

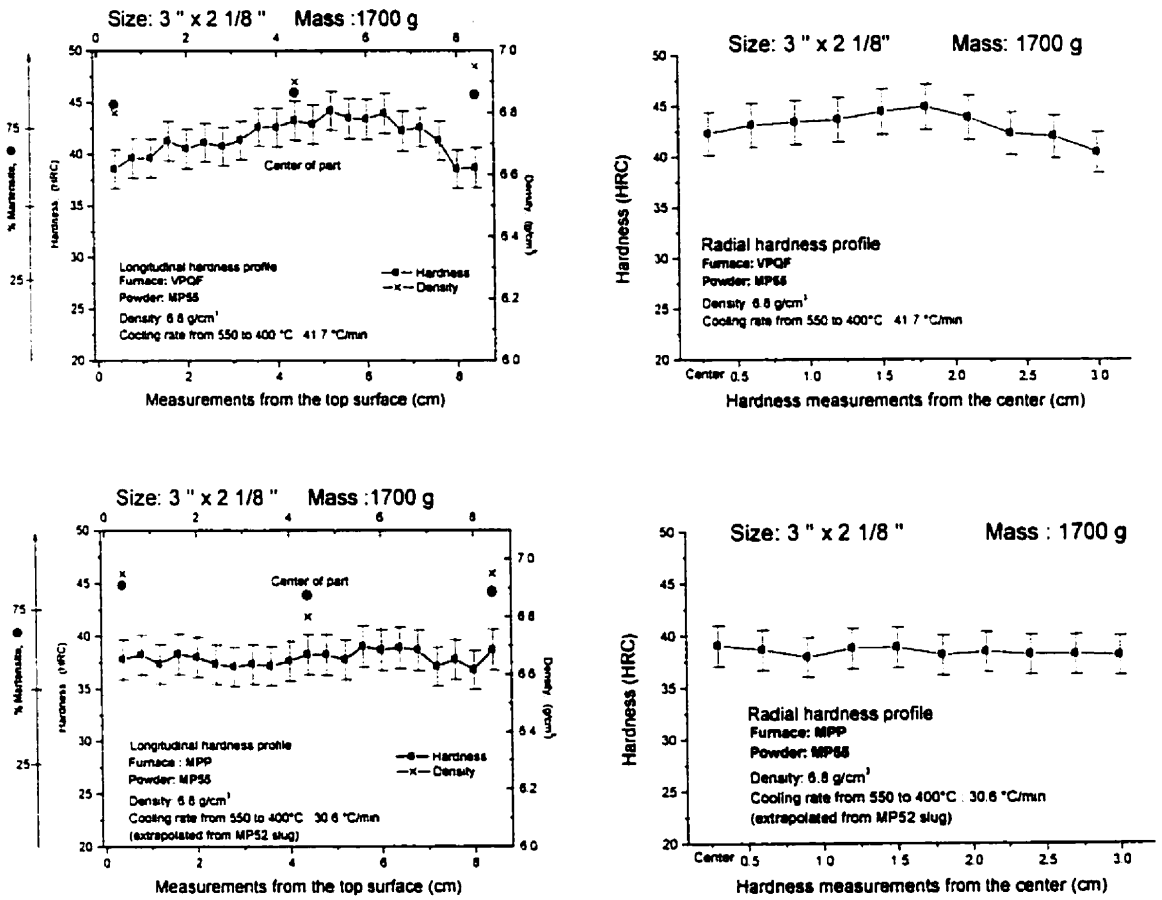


Figure 4.7 : Longitudinal and radial hardness profiles for 1700 g parts of MP55 cooled in a production furnace (MPP) and in a vacuum pressure quench furnace (VPQF).

Table 4.4 : Cooling rate measured with a Vacuum Pressure Quench Furnace.

Powder and thermocouple location	Cooling rate from 550 to 400°C, (°C/min)
MP55 in the environment	66.7
MP55 near the edge	55.5
MP55 in the middle	41.7

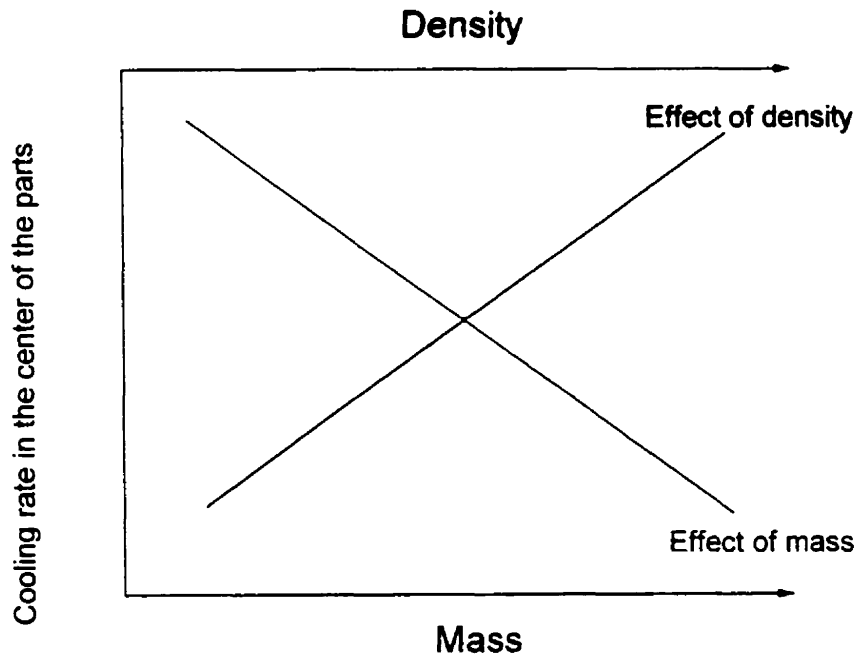


Figure 4.8 : Schematic diagram showing the effect of mass and density on cooling rate in the middle of parts.

4.5 CONCLUSIONS

In this work, the sinter-hardenability of two prealloyed sinter-hardenable alloys (MP52 and MP55) was evaluated in production sintering furnaces. The main results of this work can be summarized as follows:

1) For the production furnaces equipped with a rapid cooling system used, all the 6.8 g/cm^3 parts sinter-hardened to 35 HRC provided the cooling rate was larger than a critical cooling rate of ≅ 30°C/min (≅ 55°F/min) for the MP55 alloy.

2) The results obtained validate the methodology developed in the laboratory to actual production sintering furnaces.

3) It was shown that parts of increasing mass of MP55 (up to 1700 g) will sinter harden uniformly throughout the part provided that the cooling rate is larger than the critical cooling rate of 30°C/min (≅ 55°F/min). As the mass is increased, however, a point will be reached for which the cooling rate in the center of the part will be less than the critical cooling rate thereby reducing the hardness at the center of the part. A higher alloy content powder must then be used to maintain uniform sinter-hardenability throughout the part.

4) The effect of decreasing density is analogous to increasing mass/cross sectional thickness by decreasing the cooling rate in the center of the part to below the critical cooling rate required to achieve the full hardening potential.

4.6 ACKNOWLEDGMENTS

Special thanks given to Ms. Elise Campeau and Mr. Jacques Desrochers for the preparation of the manuscript and figures. The authors also wish to acknowledge Mr. Lane Donoho for the production runs and Mr. Jean Claudinon for sample preparation.

4.7 REFERENCES

[1] G. L'Espérance, S. Harton, H. Bande and A. de Rege, « Evaluation of the Hardenability Microstructure and Properties of Various Sintered Hardening Alloys », Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, MPIF, Princeton, N.J., 1995, vol. 8, pp. 3-25.

[2] G. L'Espérance, E. Duchesne and A. de Rege, « Effect of Materials and Process Parameters on the Microstructure and Properties of Sinter-hardening Alloys », Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, MPIF, Princeton, N.J., 1996, vol. 11, pp.397-413.

4.8 Validation et approche industrielles

4.8.1 Validation de la méthodologie développée en laboratoire dans un contexte industriel

Le montage expérimental utilisé en laboratoire pour caractériser l'autotrempabilité utilise des thermocouples insérés au centre des pièces. Cette technique permet d'obtenir la vitesse de refroidissement des pièces après frittage suite à l'analyse des profils thermiques. Cette méthodologie a été validée dans un contexte industriel sur des pièces de masse différente afin d'en vérifier l'utilité. Un thermocouple attaché à l'extérieur d'une des pièces permet également d'évaluer le taux de refroidissement dans l'atmosphère du four de frittage industriel. La comparaison des profils thermiques obtenus à partir des thermocouples insérés au centre des pièces d'une masse différente avec celui de l'atmosphère du four permet d'évaluer l'effet de la masse sur la vitesse de refroidissement.

4.8.2 Approche industrielle

Au cours de ma maîtrise, on m'a permis de travailler sur des projets industriels, entre autres sur des projets pertinents à mon sujet de recherche, soit la caractérisation de l'autotrempabilité des pièces fabriquées à partir des poudres autotrempantes MP52,

MP55 et MP56 de Domfer. Il s'agit de demandes provenant des fabricants de pièces ayant une nécessité de caractériser leur procédé d'autotrempabilité.

Plus de 40 projets ont été mandatés afin d'évaluer le taux de refroidissement optimal des fours de frittage dans le but d'obtenir la trempabilité désirée. Ces projets ont été menés pour le compte de 20 industries différentes. Ces travaux ont permis de mettre en application la théorie et la procédure décrites dans ce mémoire. Nous soumettions des pièces fabriquées à partir des poudres autotrempantes MP52, MP55 et MP56 de Domfer de géométrie simple (kit de trempabilité) pressées à une densité donnée et pour un mélange donné. Le fabricant de pièces frittait les échantillons dans les différents fours de frittage de leur usine et nous les renvoyait pour caractérisation de la dureté et de la microstructure. Suite à l'obtention de la dureté et de la microstructure de ces échantillons, les diagrammes de mise en œuvre (dureté-vitesse de refroidissement-microstructure) déterminés en laboratoire pour les mêmes mélanges étaient utilisés afin de déterminer la vitesse de refroidissement des fours de frittage. Avec la connaissance de la vitesse de refroidissement du four de frittage, le fabricant peut à nouveau utiliser les diagrammes de mise en œuvre développés pour les poudres autotrempantes de Domfer pour cette fois-ci prévoir la dureté de pièces éventuelles en fonction de leur densité. L'alternative à cette approche est l'obtention d'un profil thermique à l'aide de thermocouples insérés dans les pièces (voir section 4.3.2) lors de leur passage dans les fours de frittage (d'une longueur excédant souvent 20 mètres). Cette démarche est

coûteuse et longue à mettre en marche et peut maintenant être évitée grâce à l'utilisation des diagrammes de mise en œuvre que nous avons développés.

4.9 CONCLUSION

L'autotrempabilité de deux poudres autotrempantes (MP52 et MP55) ainsi que l'effet de la masse des pièces ont été évalués dans des fours de frittage de production. Les principaux résultats de ce chapitre peuvent être résumés tels que suit :

- Les fours de frittage industriels équipés d'un système de refroidissement rapide atteignant des taux de refroidissement de 30°C/min (≅ 55°F/min) permettent d'atteindre une dureté apparente de 35 HRC pour des pièces ayant une masse allant jusqu'à 1700 g pressées à une densité de 6.8 g/cm^3 fabriquées à partir de la poudre MP55;

- L'effet d'une diminution de la densité est similaire à une augmentation de la masse des pièces qui se traduit par une diminution du taux de refroidissement au centre de la pièce sous la valeur du taux de refroidissement critique requis pour atteindre le plein potentiel de durcissement;

- Une augmentation de la masse des pièces a pour effet de diminuer le taux de refroidissement au centre des pièces ce qui réduit la dureté apparente au centre de la pièce. Une poudre d'un niveau de trempabilité supérieur devrait être utilisée afin de maintenir le plein potentiel de durcissement de la pièce;

- La méthodologie développée en laboratoire pour caractériser l'autotrempabilité a été validée en contexte industriel dans des fours de frittage de production;

- Une approche industrielle a été développée afin de caractériser l'autotrempabilité de mélanges de poudres à partir d'échantillons de géométrie simple (kit de trempabilité) pressés à une densité donnée. Cette approche permet l'évaluation de la vitesse de refroidissement des fours de frittage des fabricants de pièces à partir des diagrammes de mise en œuvre.

CHAPITRE 5

DEVELOPMENT OF AN AUTOMATIC PROCEDURE BASED ON MICROHARDNESS TO IDENTIFY MARTENSITE, BAINITE AND PEARLITE IN SINTER-HARDENED PARTS

E. Duchesne[*], G. L'Espérance[*†],
and C. Forget[♣]

* Centre for Characterization and Microscopy of Materials, $(CM)^2$, Ecole Polytechnique de Montréal, P.O. Box 6079, Station "centre-ville", Montréal, (Québec),
H3C 3A7, Canada.

† Domfer Metals Powders Ltd, 6090 Boul. Newman, Ville Lasalle, (Québec),
H8N 2S3, Canada

♣ Clemex Technologies Inc., 800 Guimond, Longueuil, (Québec), J4G 1T5, Canada.

Presented at PM^2TEC 1999 and to be published in
Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials

5.1 INTRODUCTION

La microstructure des pièces autotrempantes est normalement martensitique avec parfois quelques îlots de bainite ou de perlite fine. La martensite avec ses aiguilles typiques et sa teinte pâle après attaque est facile à distinguer au microscope optique. Ce n'est pas le cas pour la bainite ou la perlite qui paraissent sombres. Ces régions foncées peuvent être caractérisées au microscope électronique à balayage (MEB). Cependant, cette technique est relativement longue et ce n'est pas tous les laboratoires/industries qui ont accès à ce type d'équipement dispendieux. L'identification de la bainite et de la perlite est importante puisque ces microconstituents confèrent des propriétés mécaniques différentes aux pièces.

L'objectif du travail présenté dans le chapitre 5 fut de développer une procédure qui intègre la microdureté et l'analyse d'images pour caractériser plus rapidement et sans ambiguïté ces îlots foncés. Cette technique est basée sur une discrimination initiale des îlots foncés versus la martensite par analyse d'images et par une prise automatique de microdureté afin de distinguer la bainite de la perlite. Finalement, les paramètres stéréologiques des deux microconstituents peuvent être déterminés. Cette procédure sera utile pour les fabricants de pièces autotrempantes qui auront une meilleure compréhension de la microstructure et par conséquent du comportement de la pièce en service.

5.2 INTRODUCTION

Sinter-hardening is a process often considered in applications where high mechanical properties such as strength and apparent hardness are required. The microstructure of sinter-hardened parts is mainly martensitic with some bainite and/or fine pearlite. The amount of each phase is a function of cooling rate and alloy composition with the amount of martensite increasing with increasing alloy content and/or cooling rate [1,2]. Martensite, with its characteristic needles and which appears white after etching, is easily distinguishable in the optical microscope. This is not the case for pearlite and bainite which appear as black islands. These black islands can be characterized at higher resolution in a scanning electron microscope (SEM). This technique, however, is time consuming and not all laboratories have access to such equipment. It is important to distinguish the bainite phase from the pearlite phase since they will lead to different mechanical properties.

The aim of this work was to develop a procedure that integrates microhardness and image analysis to rapidly and unambiguously characterize these black islands. The technique is based on the initial discrimination of the black islands from martensite by image analysis and subsequent automated microhardness measurements to distinguish bainite from pearlite. Finally, the stereological parameters of the two phases can be determined.

This procedure is shown to be useful to obtain a complete characterization of the microstructure of sinter-hardened parts. In addition, microhardness measurements of the different phases allow parts manufacturers to get a better understanding of the microstructure.

5.3 EXPERIMENTAL PROCEDURES

5.3.1 Materials and sample preparation

The powder selected for this study was MP55HD. This prealloyed grade currently produced by Domfer was mixed with copper, graphite and lubricant (Zn stearate) and the sintered composition is given in Table 5.1. Transverse rupture (TR) bars were compacted at a density of 6.8 g/cm^3 with a mechanical production press in accordance with MPIF Standards 41 and 44. Sintering of TR bars was performed in an industrial furnace in a dissociated ammonia based atmosphere and at a temperature of 1120°C (2050°F) for 30 minutes. After the sintering treatment, the samples were austenized at 980°C (1796°F) and cooled at different rates in order to achieve different microstructures. Cross sections of the samples were ground, polished with a 1 μm alumina slurry and etched in a solution containing 2 % Nital. Etching of the samples was light to prevent darkening of the martensitic phase which would then make it difficult to distinguish it from the black islands.

Table 5.1 : Sintered composition of the MP55HD powder.

Powder grade	C (w/o)	Mo (w/o)	Ni (w/o)	Mn (w/o)
MP55HD	0.80	0.73	1.80	0.50

5.3.2 Image analysis

The image analysis system software used was CLEMEX VISION®[1]. This system is combined to a motorized stage and a camera which control displacements and image capture. This software is also coupled to a Nikon Epiphot optical microscope and is a powerful tool to characterize the stereological parameters of microstructural constituents including those found in sinter-hardened parts. The numerous operations available with this software allow the programming of a custom made analysis routine. A routine is a list of instructions that are performed sequentially on a single field and can be repeated on a number of fields. Figure 5.1 is an example of a typical routine used in this work and Table 5.2 gives an explanation of each operation in the routine.

1 CLEMEX Vision is a registered trademark of CLEMEX Technologies Inc.

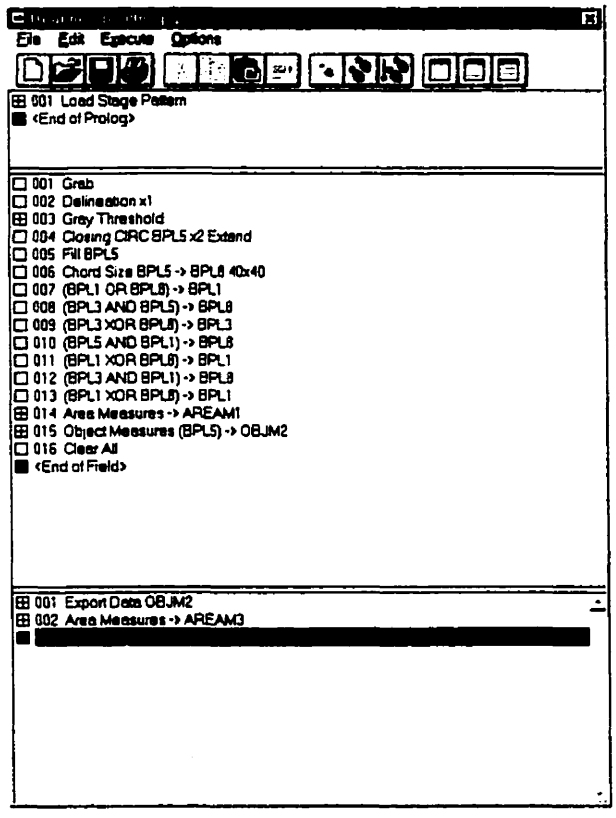


Figure 5.1: Typical routine used in this work. The operations are explained in Table 5.2.

Once the routine has been defined, an unlimited number of fields with the motorized stage can be automatically characterized without the assistance of an operator. The stage pattern window is then used to visualize stage displacements during a run and to command motorized stage movements (see Figure 5.2). Table 5.3 summarizes the main functions and symbols used in the stage pattern window. The definition of a stage pattern normally requires the insertion of a pattern origin, a reference point and a certain number of fields. The reference point is very useful to align a defined pattern with a new sample or whenever a specimen is removed and repositioned on the stage. Stage patterns are an

integral part of most image analysis routines or microhardness testing sessions. The user has complete control over field size, autofocussing frequency and the size and shape of the pattern.

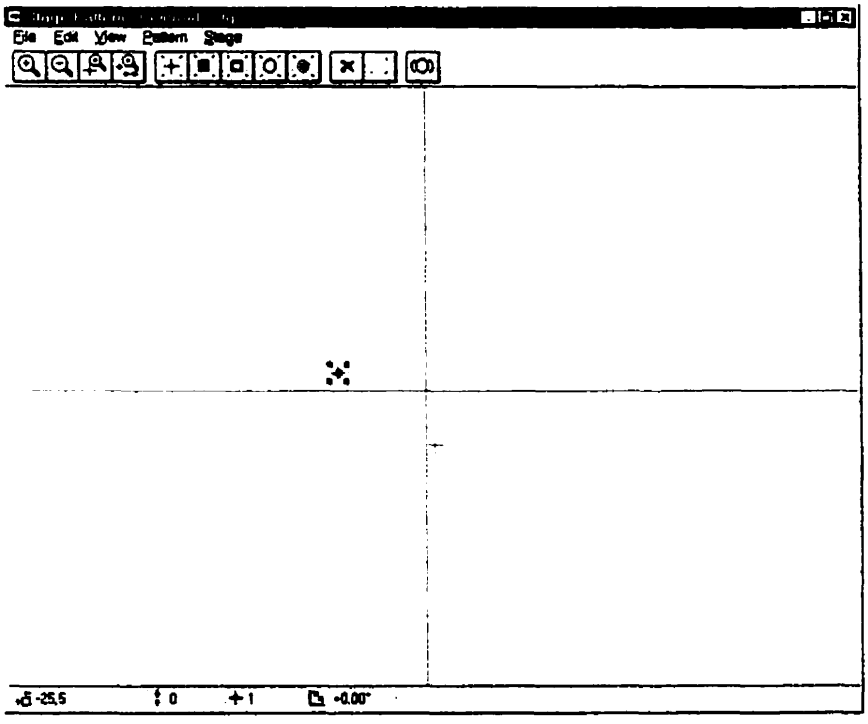


Figure 5.2: Stage pattern window.

Table 5.2 : List and explanation of the different operations used in a typical routine.

Operation	Explanation
Grab	Loads a live image from a TV camera into memory. During this process, images are transformed from an analog to a digital signal and loaded into computer RAM.
Delineate	The delineation filter removes intermediate gray levels to increase contrast wherever there is a transition from dark to light or light to dark.
Gray Threshold	Assigning a bitplane to a specific range of gray values using a gray level histogram
Closing	Closing fills gaps, holes and small concavities. Any part of the image background that cannot fit into the kernel is added to the selected bitplane. The size parameter determines which gaps will be filled
Fill	This operation is used to fill a closed region, effectively adding it to the source bitplane.
Chordsize	Used to transfer features of a given height and/or width to another bitplane. See text for detailed information.
Boolean : OR	The source bitplanes are combined to form a destination bitplane.
: AND	The intersection of two source planes form the destination plane.
: XOR	The area occupied by the source planes, excluding their intersection.
Clear	Deletes the content of the source bitplane.
Load Stage Pattern	Used to load a stage pattern in the Stage Pattern window
Export Data	Used to export data in ASCII or Excel 4.0 format.
Run Macro	Launches an MS-Excel macro directly from Clemex Vision.
X Centroid	The X coordinate of the center point of an object relative to the sample origin (stage).
Y Centroid	The Y coordinate of the center point of an object relative to the sample origin (stage).
Area percent	Percent of area occupied by one bitplane relative to the processing frame.
ASTM 112	Average grain size found on a selected bitplane.
Sphericity	Estimates the sphericity of an object.

Table 5.3: List and explanation of the different functions and symbols used in the stage pattern window.

Functions and Symbols		Definition
Origin		Inserts a sample origin under the current stage position symbol.
Reference point		Reference points are used to align a pattern with a new specimen or whenever a specimen is removed and repositioned on the stage.
Field		Inserts a field symbol at the current stage position.
Auto focus		This command triggers auto focussing for the current field

5.3.3 Microhardness

Microhardness measurements were carried out with a CLEMEX Computerized Microhardness Testing software and microhardness tester (CLEMEX CMT®). This microhardness testing software is coupled to a Mitutoyo microhardness tester, two video monitors, a motorized stage and a camera. Three windows appear when the Clemex CMT software is started: the main and motorized stage window on one monitor and the image window on a second monitor. The main window is used to specify system settings and save images to disk. The image window displays the live image from the camera while the motorized stage window is a visual representation of the stage travel and stage pattern. The results window does not appear until the microhardness testing routine is completed.

Programming of a utility is necessary to relate the Clemex Vision image analysis software to the Clemex CMT. The microhardness of the black islands was automatically measured after their initial discrimination from martensite and porosities by image analysis. The microhardness measurements are then analyzed and compared with reference values for bainite and pearlite in order to determine if the blacks islands are bainite or pearlite. The range of microhardness values for the pearlite phase is ≅ 151-300 HV and for the bainite phase is ≅ 301-550 HV. The range for the bainite phase includes hardness values for the upper and lower bainite which facilitates the interpretation of the results. Values over 551 HV were considered to originate from martensite while values less than 150 HV were considered to originate from porosities.

5.4 RESULTS AND DISCUSSION

5.4.1 Identification of the blacks islands from martensite by image analysis

Figure 5.3 a) shows a typical image (taken at a magnification of 100 X) of the microstructure of a MP55HD sinter-hardened part as seen in the image window of the image analyser. After the image has been captured with the **grab** operation (see figure 5.3 a)), the second instruction of the routine is to **delineate** the image. The delineation filter removes intermediate gray levels that the camera detects to increase contrast

wherever there is a transition from dark to light or light to dark at the edge of features. Figure 5.3 b) shows the modified image after the delineation option. The third step of the routine is the **thresholding** operation. This operation consists of grouping pixels that fall within a restricted range of gray levels. An image is made up of a grid of small squares called pixels. Each pixel can have a gray value ranging from 0 to 255 (0=black and 255=white). Gray levels within a certain range are then classified into a bitplane. Up to twelve bitplanes are available per image so up to twelve phases can be isolated. In this work, three bitplanes were used to distinguish the martensite phase (bitplane 3, relatively white phase), bainite and/or pearlite phase (bitplane 5, black islands) and porosities (bitplane 1, dark areas). Figure 5.4 shows the threshold dialog box with the gray level histogram and figure 5.5 is the image after the thresholding operation. As seen, the different gray levels allow to discriminate relatively well the different phases. However, the detection of the different phases can be improved further using binary operations.

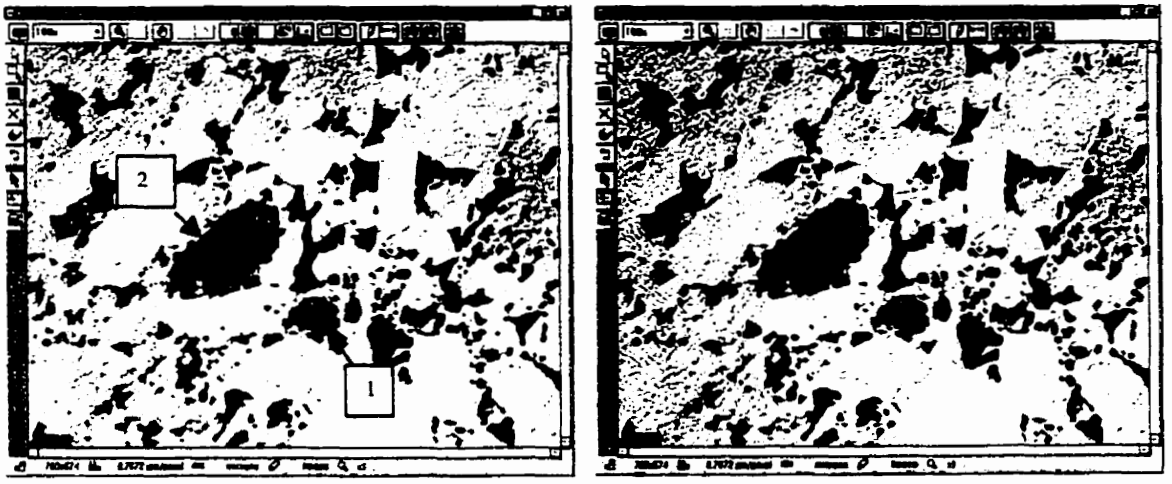


Figure 5.3 a): Typical image of the microstructure MP55HD sinter hardened part.

b): Modified image after the delineate operation.

An example of the application of binary operations for the characterization of the microstructure of sinter-hardened parts is to fill a particle. The blacks islands which appear dark consist of black and white areas and some of the black islands are not completely filled by the source bitplane. With the **closing** and **fill** binary operations, this can be easily corrected and modified (see figure 5.6). Figure 5.7 shows the modified image after the **chordsize** instruction was applied on bitplane 5. Chordsize is used to transfer features of a given height and/or width to another bitplane. This filter attempts to fit a box inside each feature contained in the source plane. If the box cannot fit inside the feature, the feature is transferred to the destination plane. Thus, the small porosities seen in figure 5.6 that were detected as black islands were transferred to the bitplane corresponding to porosities (see figure 5.7). Other binary operations used for the improvement of the routines are the boolean instructions. Figure 5.8 shows the modified image after the **OR** instruction was applied on bitplanes 1 and 8. The porosities are now combined in a single plane (bitplane 1). Boolean instructions such as AND, OR, XOR, NAND, NOR and NXOR can also be used to correct the overlapping portion of two bitplanes or more. For example, the overlapping portion of martensite (bitplane 3) in the black islands (bitplane 5) is first copied to another plane to serve as a reference (bitplane 8) with the **AND** operation. Next, this reference plane is replaced by the bitplane 3 with the **XOR** operation. These operations were also applied to the overlapping portion of porosities in the black islands (instructions 10 and 11 in the routine, figure 5.2) and to the overlapping portion of porosities in the martensite (instructions 12 and 13 in the routine, figure 5.2). Figure 5.9 shows the image after these instructions were applied.

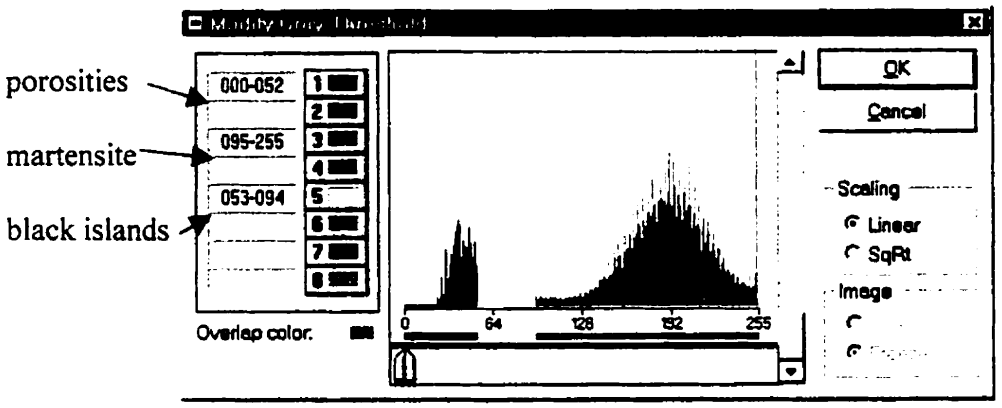


Figure 5.4 : Threshold dialog box with the gray level histogram.

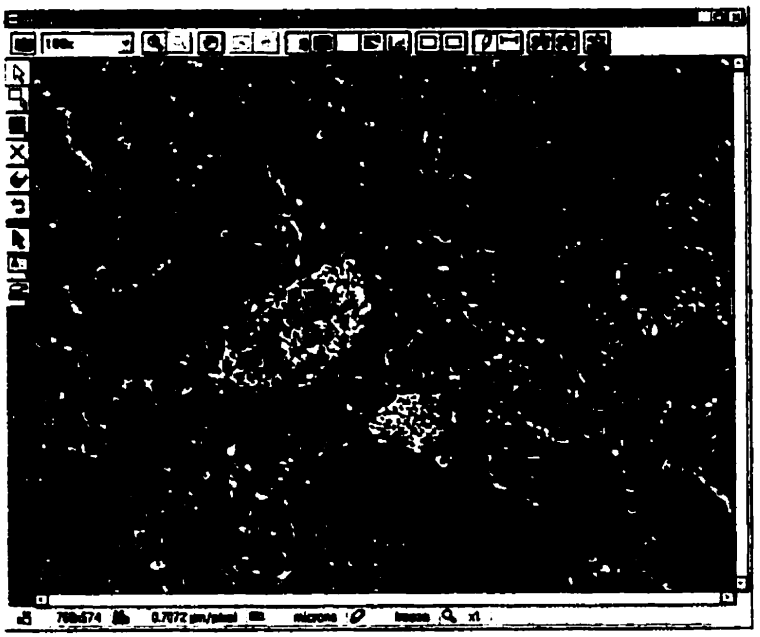


Figure 5.5 : Modified image after the thresholding operation.

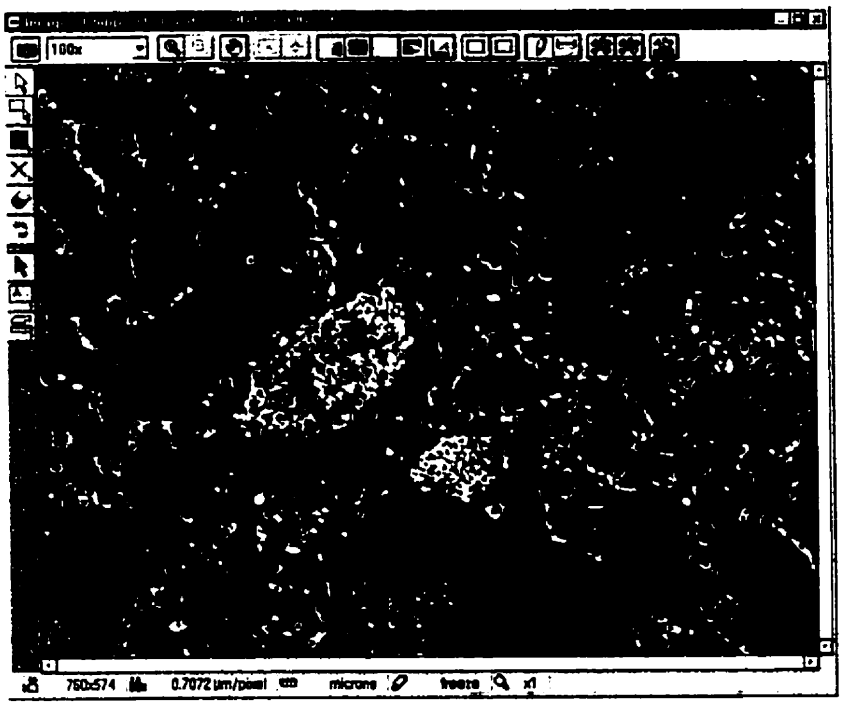


Figure 5.6 : Modified image after the closing and fill binary operations for bitplane 5 (black islands).

Figure 5.7 : Modified image after the chordsize instruction applied to bitplane 5.

Figure 5.8: Modified image after the OR instruction was applied to bitplanes 1 and 8.

When the objects of interest are well detected (or discriminated in terms of image analysis) in the various bitplanes, stereological measurements can be performed for each phase. **Area measure** determines the area percent of all the phases detected with respect to the total area covered by the field of analysis. Figure 5.10 is the Results window showing the histogram generated with the area measure instruction. The Results window also shows the stereological measurements of each object, the field count, the field area and the total area. At this stage, the first step of the characterization of the microstructure is completed. In the field of interest, the area percent of martensite particles (78.5 %), blacks islands (4.1 %) and porosities (17.4 %) are obtained. The position of the black islands is now necessary and this will be done with the **X and Y centroids** instruction. This operation finds the X and Y coordinates of the center point of an object relative to the sample origin (stage). Figure 5.11 is the data browser window showing the X and Y

centroids. After the black islands centroids data has been determined, the data is exported in ASCII format directly from Clemex Vision in order to relate Clemex Vision to Clemex CMT.

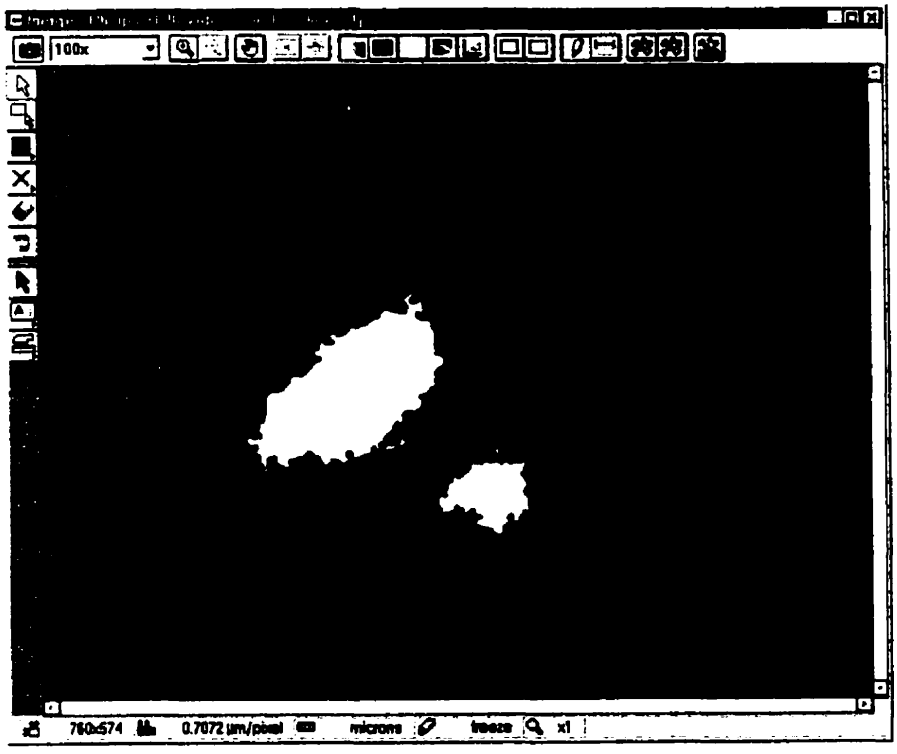


Figure 5.9 : Modified image after the AND and XOR instructions.

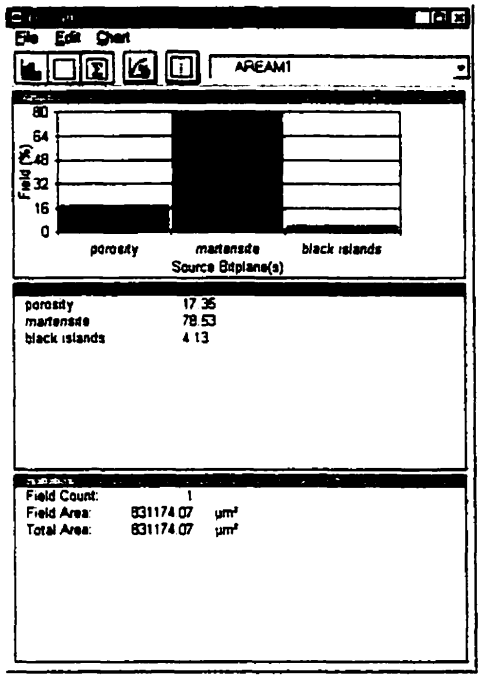
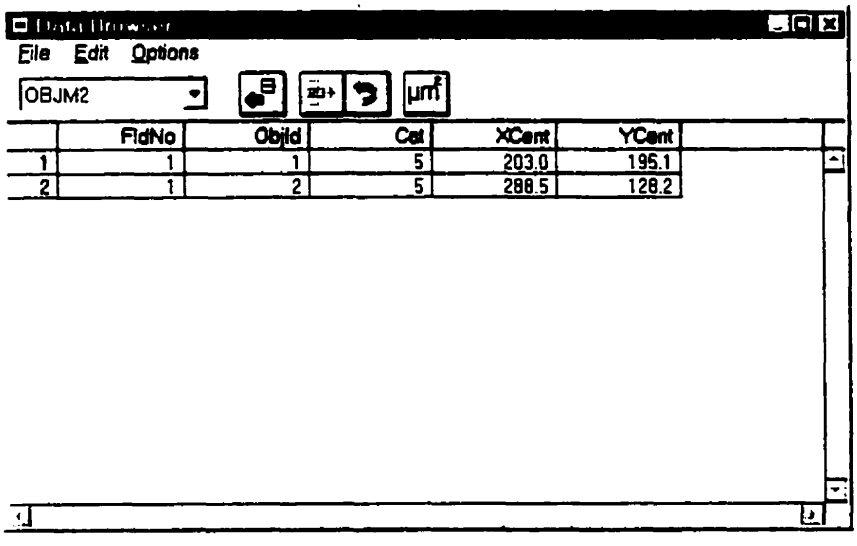


Figure 5.10: Results window showing the stereological measurements carried out on each phase before the microhardness measurements.



	FldNo	ObjId	Cat	XCent	YCent
1	1	1	5	203.0	195.1
2	1	2	5	288.5	128.2

Figure 5.11 : Data browser window showing the X and Y centroids.

5.4.2 Automated microhardness measurements of the black islands

Figure 5.12 shows the microhardness indentation made on the black island identified as 1 in figure 5.3 a) and previously discriminated by image analysis. The microhardness value of this black island is 421 HV. This value lies in the range of the bainite phase. Figure 5.13 is the microhardness indentation made on the black island identified as 2 in figure 5.3 a). The microhardness value of this black island is 285 HV which lies in the range of the pearlite microconstituent. These indentations were automatically measured with the Clemex CMT software. Following this step a utility reads these measurements and classifies them in the appropriate category (bainite or pearlite) based on the reference values for bainite and pearlite.

Figures 5.14 a) and 5.15 a) are SEM micrographs (taken at the same magnification, X 3000) of the black islands identified 1 and 2 in figure 5.3 a) respectively with the microhardness indentations. The size of the microhardness indentation in figure 5.14 a) is smaller than that in figure 5.15 a) which is an indication of a harder phase (bainite). Figures 5.14 b) and 5.15 b) are higher magnification SEM micrographs of the bainite and pearlite particles respectively which allow to distinguish the feathery appearance or broken up lamellae of bainite and the very fine lamellae of pearlite.

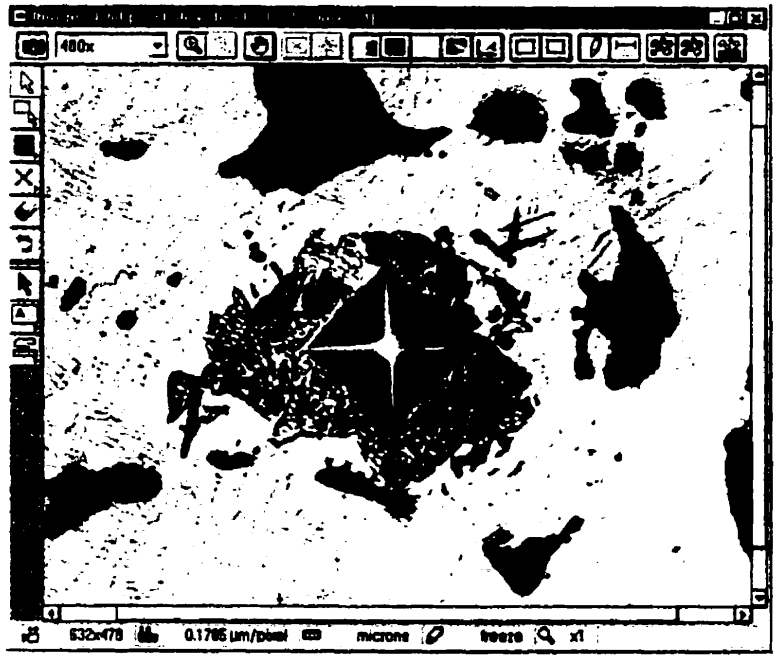


Figure 5.12: Microhardness indentation made on the black island no.1 in figure 5.3 a).

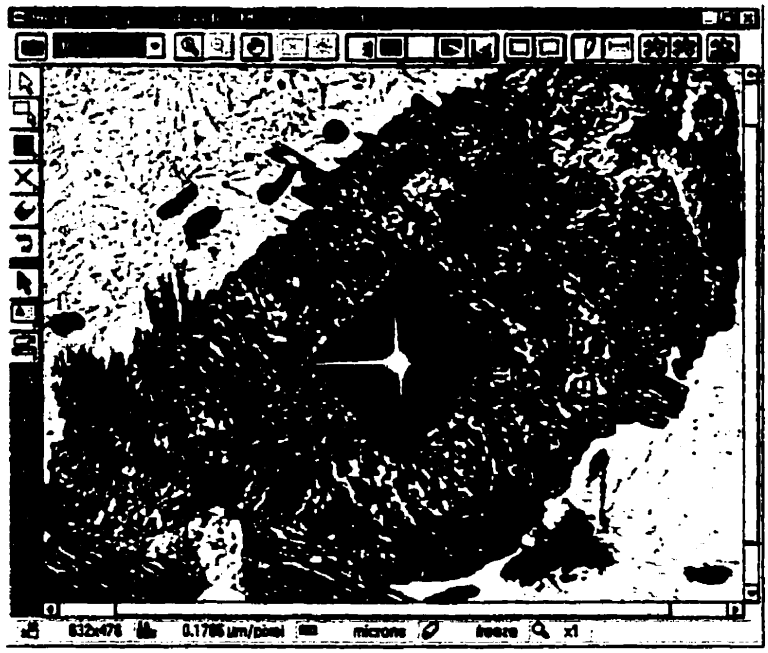
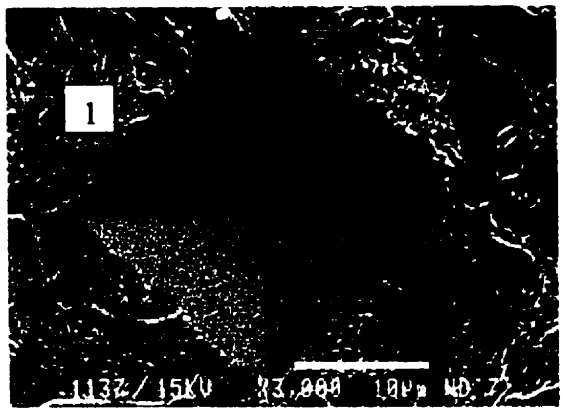


Figure 5.13: Microhardness indentation made on the black island no.2 in figure 5.3 a).



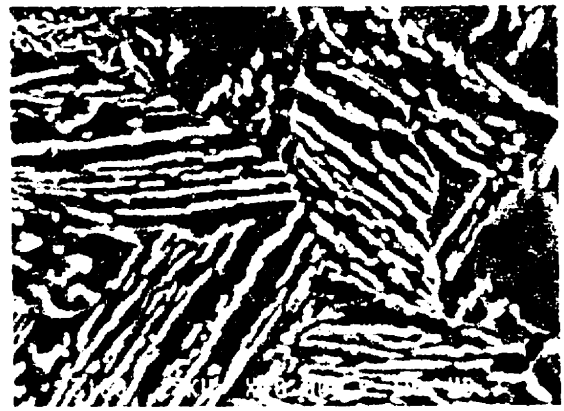
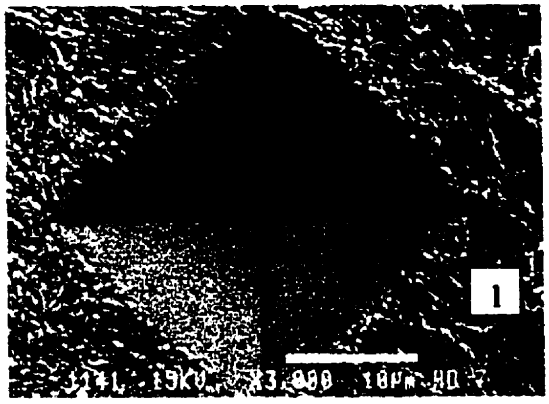


Figure 5.14 a): SEM micrograph of the microhardness indentation of the black island identified as 1 in figure 5.3 a) (X 3000).

b): Higher SEM micrograph of area 1 in figure 5.14 a) showing bainite (X 10000).



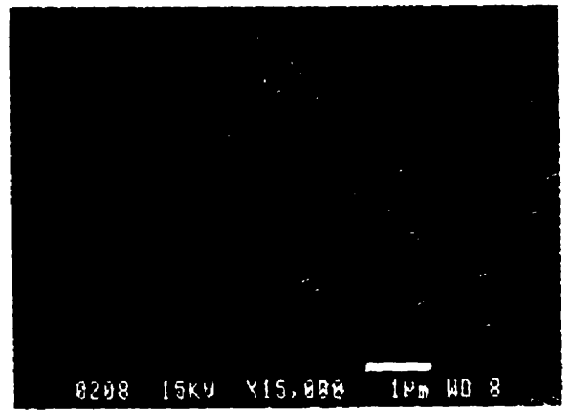


Figure 5.15 a): SEM micrograph of the microhardness indentation of the black island identified as 2 in figure 5.3 a) (X 3000).

b): Higher SEM micrograph of area 1 in figure 5.15 a) showing pearlite (X 15000).

5.4.3 Complete stereological characterization of sinter-hardened parts

The first step of the stereological characterization indicates that 4.1 % of the microstructure consists of black islands. This percentage of black islands is now constituted of 0.8 % of bainite and 3.3 % of fine pearlite. Table 5.4 gives the complete stereological measurements made on the field of interest as well as the results of the first step of the characterization. Figure 5.16 shows the final image after the identification of the black islands and figure 5.17 is the final Results window showing the histogram of the different microconstituents.

Table 5.4 : Complete stereological measurements made on the field of interest as well as the results of the first step of the characterization.

Step of characterization	Martensite (%)	Black islands (%)	Bainite (%)	Pearlite (%)	Porosity (%)
First step	78.5	4.1	---	---	17.4
Second step	78.5	---	0.8	3.3	17.4

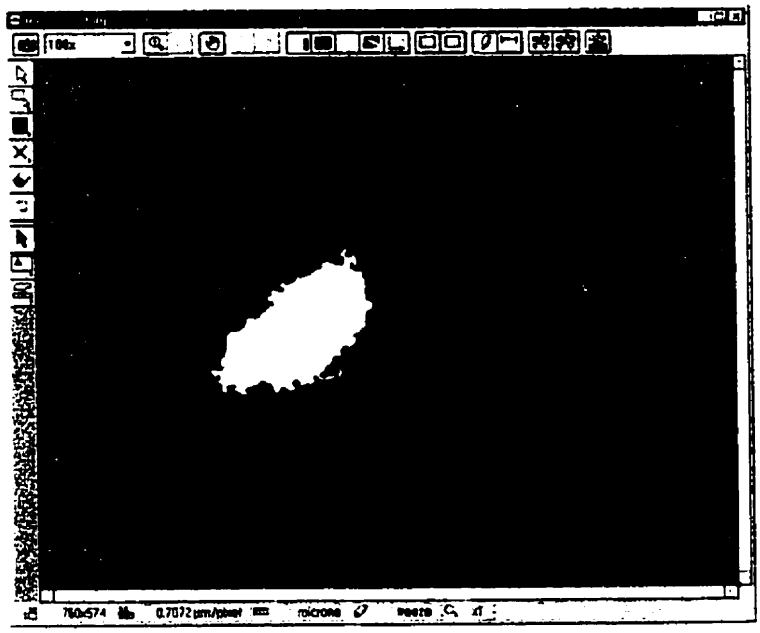


Figure 5.16 : Final image after the identification of the black islands.

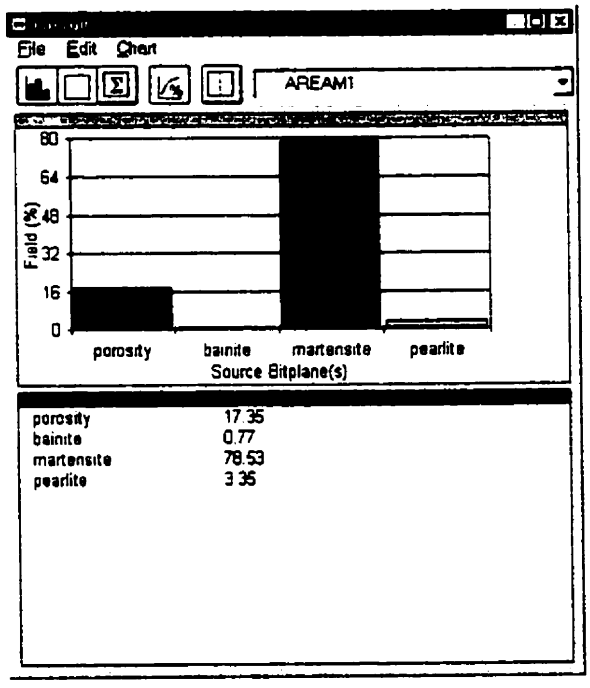


Figure 5.17: Results window showing the histogram of the different microconstituents.

5.5 CONCLUSIONS

1. An automated image analysis procedure to completely characterize the microstructure of sinter-hardened parts including the unambiguous identification of bainite and pearlite has been developed.

2. The technique is based on the combination of image analysis and microhardness measurements carried out in a modular and integrated microstructural characterization system.

5.6 ACKNOWLEDGMENTS

The authors wish to thank Mr. Jean Claudinon for the preparation of the samples and Mrs. Yanick Cyr and Jocelyn Gingras for their help in preparing the manuscript and the computer-assisted presentation for the meeting. We would also like to acknowledge the staff at Clemex Technologies Inc. for their indispensable expertise and help in developing the procedure.

5.7 REFERENCES

[1] G. L'Espérance, E. Duchesne and A. de Rege, « Effect of Materials and Process Parameters on the Microstructure and Properties of Sinter-hardening Alloys », Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, MPIF, Princeton, N.J., 1996, vol. 11, pp.397-413.

[2] G. L'Espérance, S. Harton, H. Bande and A. de Rege, « Evaluation of the Hardenability, Microstructure and Properties of Various Sinter-hardening Alloys », Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, MPIF, Princeton, N.J., 1995, vol. 8, pp.3-25.

5.8 CONCLUSION

Les faits saillants de ce chapitre portant sur le développement d'une procédure automatique de caractérisation de la microstructure des pièces autotrempantes peuvent être résumés ainsi :

- Une procédure automatique de caractérisation de la microstructure des pièces autotrempantes combinant l'analyse d'images et la prise de microduretés a été développée. Cette technique est basée sur une discrimination initiale de la martensite versus les îlots foncés de bainite et de perlite suivi d'une prise automatique de microdureté de ces îlots afin de distinguer la bainite de la perlite.

- Cette technique de caractérisation complète de la microstructure sera utile pour les fabricants de pièces autotrempantes. La connaissance des paramètres stéréologiques de la microstructure entraînera une meilleure compréhension des propriétés mécaniques éventuelles de la pièce en service.

CHAPITRE 6

SINTER-HARDENING AND HARDENABILITY

Eric Duchesne*, Gilles L'Espérance♣ and Amedeo de Rege†

* M. Sc. Student, Centre for Characterization and Microscopy of Materials, $(CM)^2$, Materials and Physics Engineering department, Ecole Polytechnique de Montréal, P.O. Box 6079, Station "centre-ville", Montréal, (Québec), H3C 3A7, Canada.

♣ Professor, Centre for Characterization and Microscopy of Materials, $(CM)^2$, Materials and Physics Engineering department, Ecole Polytechnique de Montréal, P.O. Box 6079, Station "centre-ville", Montréal, (Québec), H3C 3A7, Canada and Vice-President, Domfer Metal Powders Ltd.

† Technical Director, Domfer Metal Powders Ltd, 6090, Boul. Newman, Ville Lasalle, (Québec), H8N 2S3, Canada.

Published in International Journal of Powder Metallurgy, vol. 36, no. 1, (2000).

6.1 INTRODUCTION

Il y a une demande sans cesse croissante dans l'industrie de la métallurgie des poudres pour produire une base de données pour les matériaux autotrempants en fonction de la composition du mélange de poudre et des paramètres du procédé. Parmi ces paramètres, le taux de refroidissement après frittage, le pourcentage de carbone, la quantité d'éléments d'alliage et la densité de la pièce font partie des facteurs qui influencent la dureté apparente des pièces fabriquées par métallurgie des poudres.

Lors d'une étude récente (voir chapitre 3), une procédure expérimentale a été développée pour déterminer l'effet du taux de refroidissement sur la dureté apparente et la microstructure des pièces frittées. Les résultats obtenus ont été utilisés afin de générer des diagrammes de mise en œuvre dureté apparente-taux de refroidissement-microstructure. L'article présenté dans ce chapitre traite de l'analyse de ces résultats afin d'obtenir une expression mathématique reliant la dureté apparente des pièces autotrempantes au taux de refroidissement et à la densité pour la poudre autotrempante MP55 de Domfer. Cette expression sera utile pour déterminer le taux de refroidissement requis pour obtenir une dureté apparente donnée ainsi que pour prédire l'effet de la densité sur la dureté apparente d'une pièce. La possibilité de prédire la dureté apparente en fonction de ces paramètres est primordiale afin d'avoir des résultats consistants avec un procédé de frittage spécifique caractérisé par un taux de refroidissement donné, une vitesse de courroie donnée, charge, etc .... Finalement, une procédure a été élaborée afin d'obtenir une caractérisation complète des paramètres stéréologiques et de la chimie de

tous les microconstituants présents dans les pièces autotrempantes. Cette procédure combine l'analyse d'images pour la détermination des paramètres stéréologiques et l'analyse en sélection d'énergie des rayons-X par microscopie électronique à balayage pour la chimie. Une section prévue pour l'ajout de l'effet du carbone dans l'équation mathématique développée dans les sections précédentes qui prédit la dureté apparente des pièces de MP55 est également présentée dans le chapitre 6.

6.2 ABSTRACT

There is a growing need in the P/M industry to produce a hardenability database for sinter-hardening materials as a function of processing and materials variables. The amount of alloying elements and austenitic grain size are among the primary factors that influence the hardenability of sinter-hardened parts. On the other hand, the cooling rate after sintering and the density of the parts are parameters that affect the microstructure and apparent hardness of a material of a given hardenability.

In previous studies, an experimental procedure was developed to determine the effect of cooling rate on the apparent hardness and the microstructure of sintered parts. The results obtained were used to generate apparent hardness-cooling rate-microstructure relationships for different powders pressed to different densities. In this study, these results were analyzed to derive a mathematical expression relating the apparent hardness of sinter-hardened parts to the cooling rate and the density for the widely used sinter-hardening MP55 Domfer powder. This expression is shown to be useful to determine the cooling rate required to achieve a given apparent hardness as well as to predict the effect of density on the apparent hardness of a part.

6.3 INTRODUCTION

With the rapidly increasing number of sinter-hardening applications, there is a need to develop a methodology to predict sinter-hardening as a function of powder mix composition and processing variables. Of these parameters, the cooling rate after sintering, the carbon content, the amount of alloying elements and the density of the parts are among the critical factors that influence the apparent hardness of P/M parts. The ability to predict the apparent hardness as a function of these parameters is necessary in order to achieve consistent results with a specific sintering process characterized by a given cooling rate, belt speed, belt loading, etc....

From the point of view of selecting the appropriate powder mix, it is necessary to know the sinter-hardening response of various powder mixes to different sintering conditions in order to avoid over-engineering of the powder mix, to keep the cost to a minimum and to achieve consistent results. For example, faster cooling rates will allow the use of less alloyed powder mixes to achieve a given apparent hardness level. The Jominy end-quench hardenability response of 34 commercially produced P/M steels grades was measured and tabulated in a recent work [1]. The results of this investigation show clearly that the apparent hardness increases with density. However, the very rapid cooling rate achieved during quenching with the Jominy test does not directly relate to cooling rates typical of the continuous cooling of sinter-hardened parts.

In a previous work [2], the effect of process conditions was investigated for an FLC-4608 material. Although this study is helpful for part development, it is specific to a given sintering operation and does not allow for quantitative evaluation of sinter-hardening as a function of process parameters such as cooling rate.

An experimental technique for making time-temperature-transformation (TTT) diagrams was also developed in a previous study [3]. These diagrams were obtained by quenching from high temperature followed by isothermal treatment. This method is laborious and requires quenching of the samples. Although this information is valuable, real sinter-hardened parts are not quenched but undergo continuous cooling.

In this paper, a method is developed to determine quantitatively the sinter-hardening of parts using an experimental technique to reproduce the continuous cooling conditions that occur in typical industrial sinter-hardening processes. In addition, the technique permits the determination of the sinter-hardening of powder mixes as a function of material and process variables, particularly the cooling rate after sintering and the density of the parts. The method uses a sample with a relatively simple geometry subjected to different temperature-time cycles in order to simulate sintering cycles, particularly the cooling rate after sintering. Thermocouples are embedded in different parts of the sample in order to determine precisely the local cooling rate in these regions. The cooling rates are then related to the apparent hardness and the microstructure characterized in the same areas for which the cooling rate was determined, thereby

permitting construction of apparent hardness-cooling rate-microstructure processing diagrams. Such diagrams are shown to be very useful in order to select the appropriate powder mix for specific sinter-hardening conditions and to optimize the sintering process. Finally, the experimental data is modeled to derive a mathematical expression to predict the apparent hardness of sinter-hardened parts as a function of cooling rate and the density of the parts.

6.4 EXPERIMENTAL PROCEDURES

6.4.1 Materials and preparation of samples

The sinter-hardening powder used for this work was MP55 produced by Domfer Metal Powders. The chemistry of this widely used prealloyed powder meets the specifications of the 4600 type of powders of the MPIF standard 35. All the results presented were obtained with this powder mixed with 2 w/o Cu, 1 w/o graphite and 0.75 w/o zinc stearate. The samples used to characterize the sinter-hardening were obtained by compacting rectangular bars of 6.67 cm x 6.67 cm x 20.32 cm (2 5/8 in. x 2 5/8 in. x 8 in.) in a direction normal to their length. Compaction was carried out at different pressures in order to achieve three densities after sintering: 6.6, 6.9 and 7.1 g/cm^3. Sintering of all samples was carried out at 1120°C (2050°F) for 30 minutes in dissociated ammonia and the composition of the sintered samples is given in Table 6.1.

Table 6.1 : Composition of the samples after sintering.

Powder	C (w/o)	Mo (w/o)	Mn (w/o)	Ni (w/o)
MP55	0.80	0.73	0.50	1.80

The rectangular bars were then machined into 10.16 cm (4 in.) long and 2.54 cm (1 in.) diameter cylindrical samples. The samples with a density of 7.1 g/cm^3 were double-pressed and double-sintered.

6.4.2 Experimental method to characterize the sinter-hardening

Figure 6.1 shows the apparatus used to experimentally determine in the laboratory the sinter-hardening of the samples. The main component of the apparatus is a three-zone Lindberg horizontal tube furnace. The temperature of the three zones can be controlled separately to minimize the thermal gradient in the middle zone where the sample is located during austenitization at 980°C (1790°F) for 1 hour in a continuous flow of nitrogen.

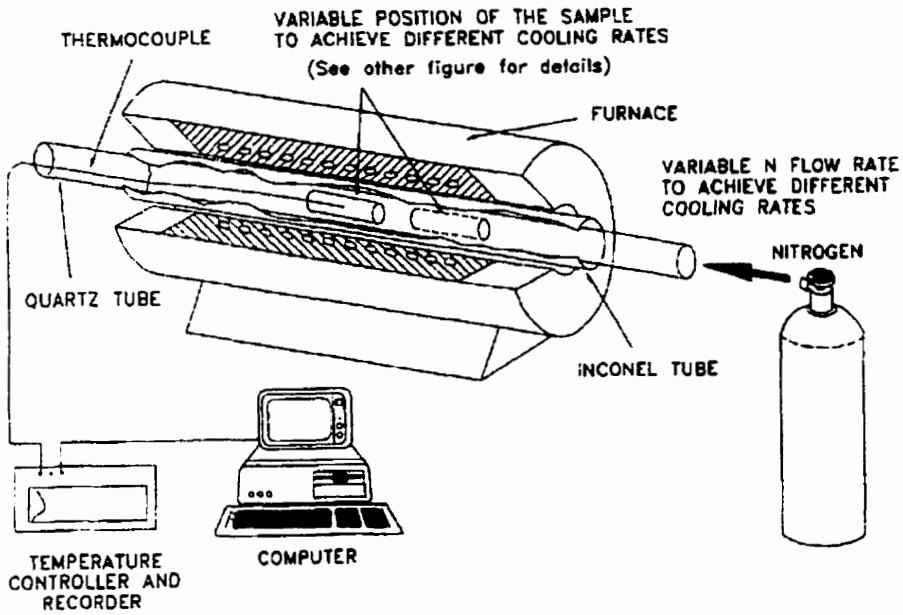


Figure 6.1: Experimental apparatus developed to characterize the sinter-hardening (see figures 6.2 a) and 6.2 b) for details of the sample geometry).

After austenitization, the sample was moved from the middle zone of the furnace to the end of the quartz tube and then cooled using nitrogen (see Figure 6.1). The cooling rate of the sample was varied from one experiment to another by changing the flow rate of nitrogen on the sample. The temperature in five different areas of the sample was measured and monitored continuously as a function of time using five chromel/alumel K thermocouples inserted in 1 mm (0.040 in.) diameter holes located at a depth of 12.8 mm (0.5 in.) into the sample. The thermocouples were located at a distance of 2 cm (0.78 in.) from each other (see Figure 6.2). In this way, five different cooling curves in five different areas of the sample could be measured in one experiment. The entire five cooling curves were recorded in ASCII code on a computer for subsequent processing.

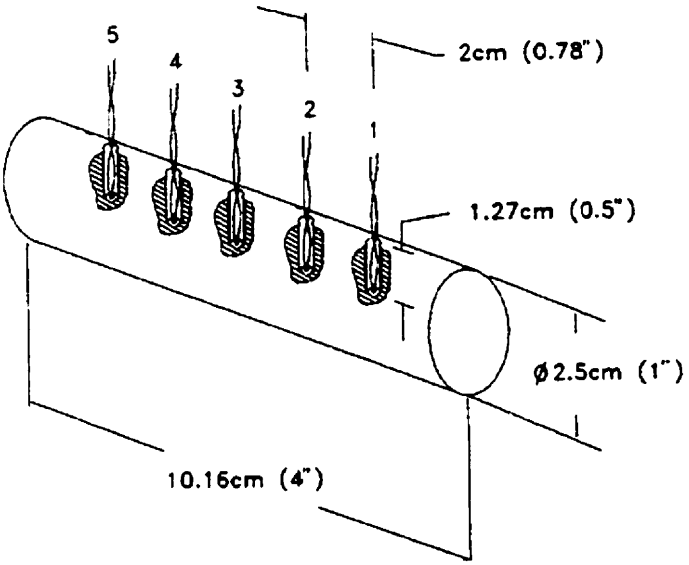


Figure 6.2 a): Longitudinal view of the sample used to characterize the sinter-hardening showing the position of the thermocouples along the sample.

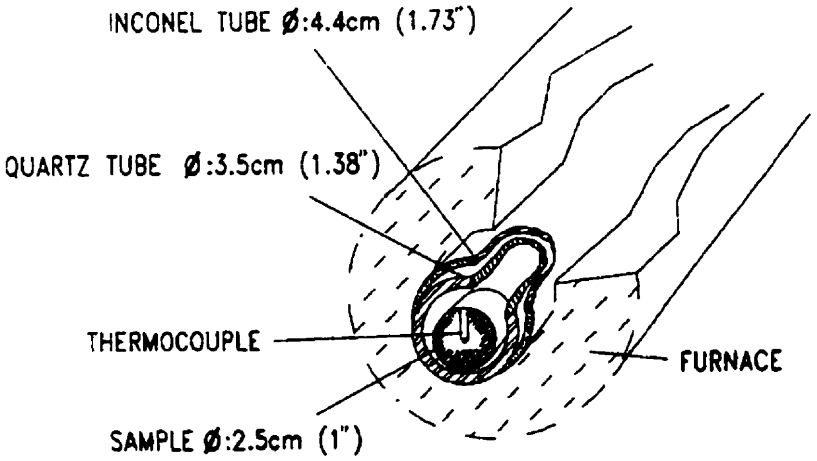


Figure 6.2 b): Cross sectional view of the sample showing the dimensions of the different components.

After cooling, the samples were sectioned carefully using a diamond saw to prevent heating of the samples and tempering of the microstructure. Sectioning was performed in five areas and as close as possible to the position of the five thermocouples used to measure the cooling curves. After polishing, the microstructure of these five areas was

characterized quantitatively (see next section) and the apparent hardness measured. In this way, the microstructure and the apparent hardness measured in these five areas of the sample could be related to the cooling rates locally measured in the same five areas of the sample.

The experimental method used to determine the sinter-hardening therefore consists of measuring the cooling rate, the apparent hardness and the microstructure from the same area of the sample thereby allowing construction of apparent hardness-cooling rate-microstructure diagrams which show the effect of cooling rate on apparent hardness and the microstructure.

The underlying principle which makes this approach applicable to the sintering of actual P/M parts is that the transformation products formed (and therefore the apparent hardness) in different areas of parts of a given density and made with a given powder mix will be a function of the local cooling rate experienced by the different areas of the parts during cooling. Thus, provided the samples used with the experimental approach described in this paper are made with a powder mix of the same chemistry, the effect of the local cooling rate on sinter-hardening can be isolated for a given sample density. Identical experiments made for samples of different densities can then be used to isolate the effect of density on the apparent hardness for a given cooling rate. Combining the results of all these experiments will then enable derivation of an expression to predict the

apparent hardness of P/M parts as a function of cooling rate and density for parts made with a given powder mix chemistry.

6.4.3 Microstructure and apparent hardness characterization

The microstructures of five areas very close to those for which the cooling rates were measured were characterized by optical and scanning electron microscopy. After sectioning, the samples were ground and polished with a 1 μm alumina slurry. The optical microscope used was a Leitz Metallovert and the Scanning Electron Microscopes (SEM) were a JEOL JSM-840 coupled to an ultra thin window (UTW) x-ray energy dispersive spectrometer (EDS) allowing the detection of light elements such as carbon, nitrogen and oxygen and a Field Emission Gun (FEG) Philips XL-30. Figure 6.3 shows the procedure used for a complete characterization of the chemistry and stereological parameters of all microconstituents.

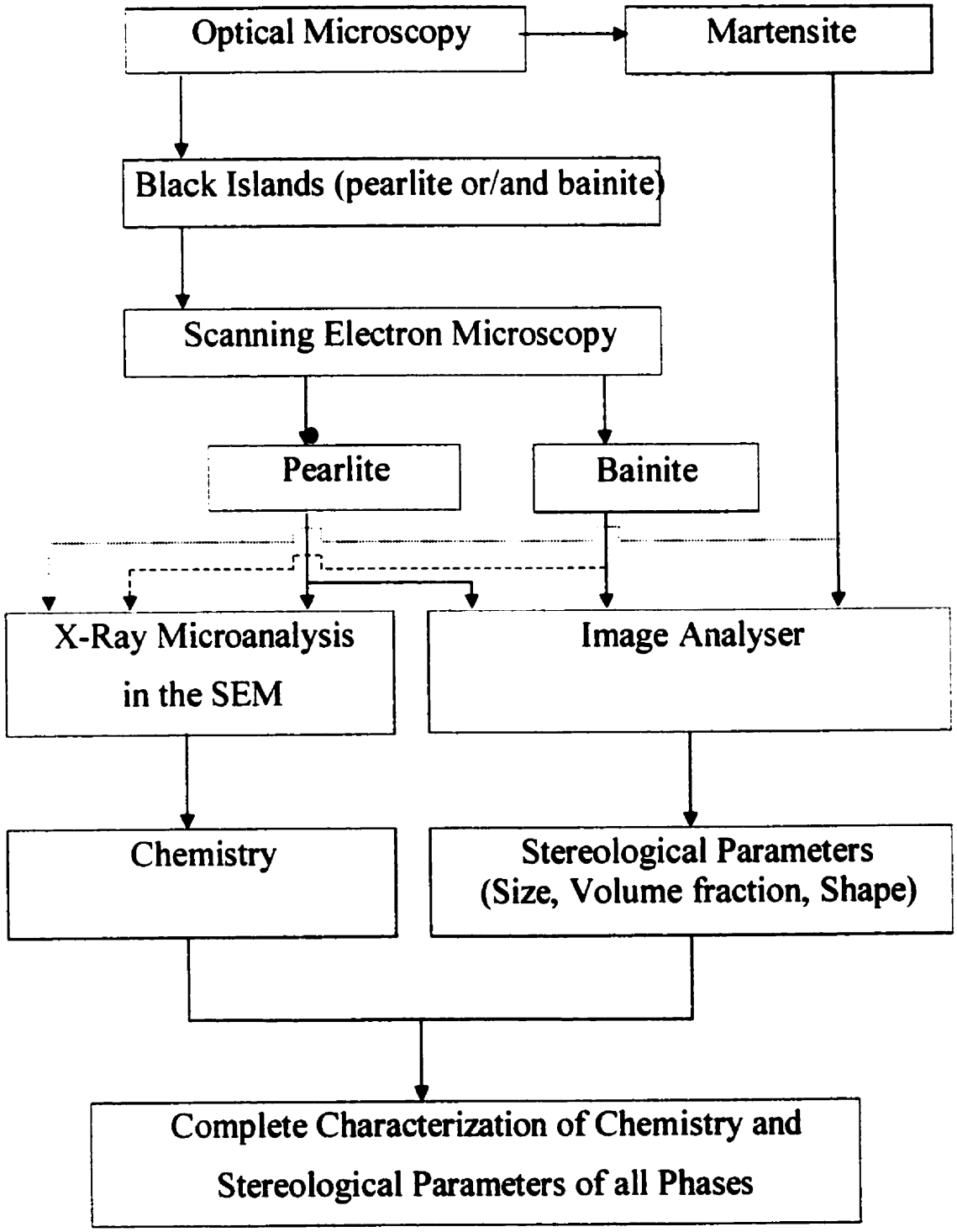


Figure 6.3 : Chart showing the procedure for the complete characterization of the chemistry and stereological parameters of all microconstituents.

As shown, both optical and scanning electron microscopy were used to identify unambiguously the microconstituents (martensite, pearlite and bainite). Martensite with its characteristic needles and which appears white after etching in nital and picral is easily distinguishable in the optical microscope. This is not the case, however, with pearlite and bainite which appear as black islands. Scanning electron microscopy, because of its higher resolution, is then required in order to distinguish pearlite from bainite. The SEM permits resolution of fine lamellae of pearlite (which would be unresolved in the optical microscope) and the acicular ferrite plates with the carbide phase precipitated between the plates (upper bainite) or within them (lower bainite). Once the microconstituents were identified, the amount of each microconstituent could be determined by quantitative image analysis using point counting and a template and optical or scanning electron micrographs. In addition, the chemical composition of each microconstituent can be determined using x-ray energy dispersive spectrometry in the scanning electron microscope. This technique is particularly useful to determine the alloying elements present in each constituent and the spatial distribution of elements such as the initially admixed copper. Combining the stereological parameters obtained by image analysis and the chemical composition determined with EDS in the SEM, a complete characterization of all microconstituents can be obtained. All samples used for quantitative image analysis were etched in a solution containing equal amounts of 4% nital and 3% picral.

The apparent hardness of the samples was measured in the same areas (center of the sample) where the cooling rate was determined according to ASTM E 18 and using a

Wilson Rockwell hardness tester and a load of 150 kg. The measurements were made using the C scale (HRC).

6.5 RESULTS AND DISCUSSION

6.5.1 Experimental cooling curves

Figure 6.4 a) shows typical experimental cooling curves (T vs t) obtained in one experiment for a sample located at the center of the middle zone of the furnace. The five different curves correspond to the five different thermocouples embedded in the sample with curve 1 obtained for the thermocouple closest to the stream of nitrogen impinging on the sample. As expected the cooling rate is faster for areas closer to the flow of nitrogen.

Figure 6.4 b) illustrates other cooling curves obtained by placing the samples at different locations along the quartz tube or by changing the flow of nitrogen during cooling. Thus, cooling curves C, E and F were obtained for samples located at the center of the middle zone of the furnace and exposed to different flows of nitrogen during cooling. Curve C', however, shows an abrupt change in cooling rate at ≅ 540 °C (1004 °F) obtained by changing the sample location during the test once it reached that temperature. Finally, some samples were quenched in water (curve WQ) from the austenitization temperature. Continuous cooling curves imply that the cooling rate changes continuously with

decreasing temperature. This is shown in Figure 6.4 c) which shows the calculated cooling rate as a function of temperature for a typical experimental cooling curve

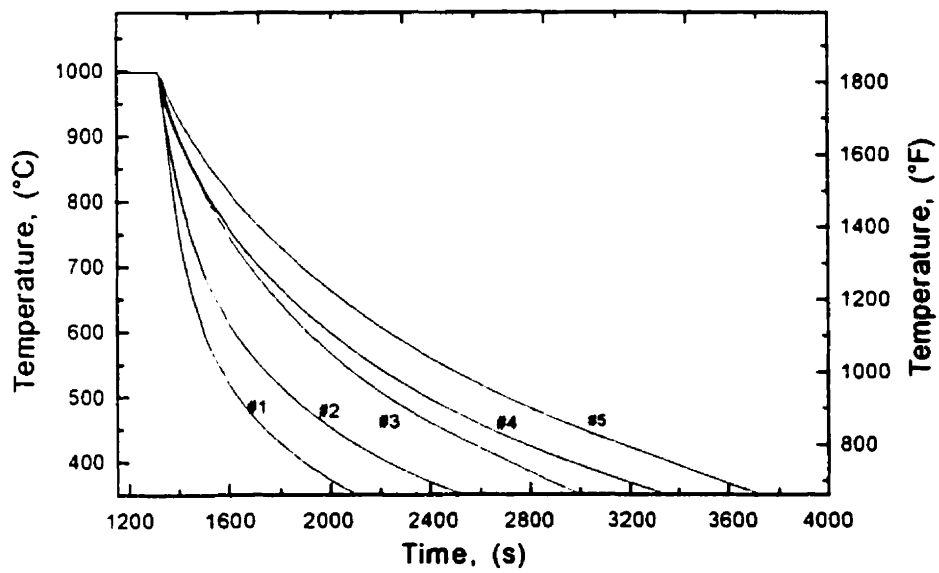


Figure 6.4 a) : Typical experimental cooling curves of MP55 (6.6 g/cm^3) obtained in this work.

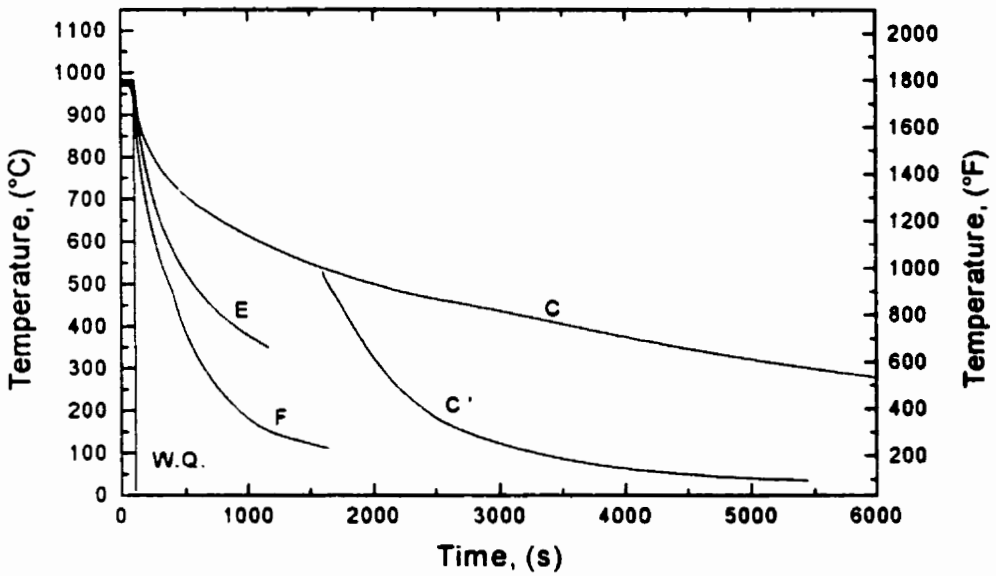


Figure 6.4 b) : Typical experimental cooling curves obtained by placing the sample at different locations along the quartz tube or by increasing the flow of nitrogen.

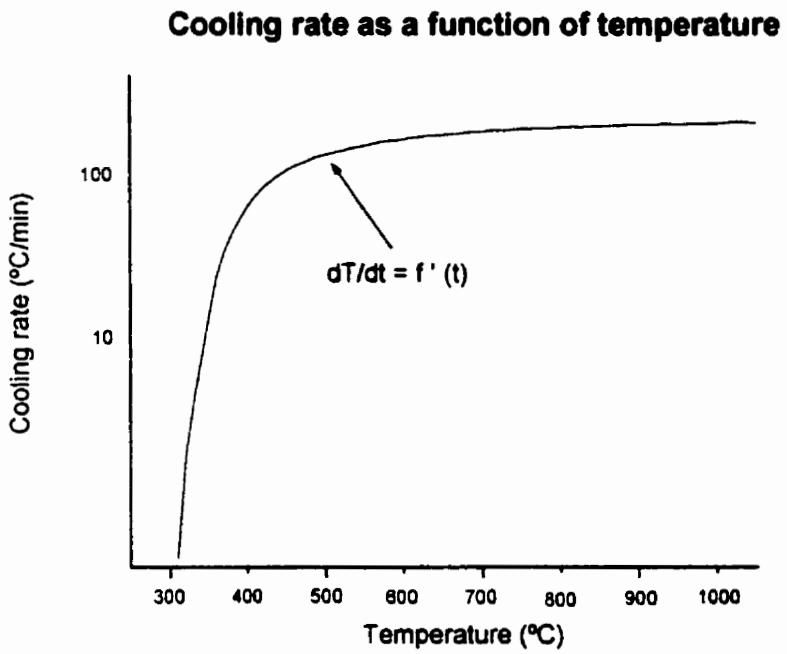


Figure 6.4 c) : Cooling rates as a function of temperature for a typical cooling curve.

used to characterize the sinter-hardening. Clearly the cooling rate decreases continuously with decreasing temperature particularly at low temperatures. Thus, the cooling rate is ≅ 150°C/min in the temperature range from 750°C to 550°C (1382°F to 1022°F) and reaches values as low as ≅ 35°C/min in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F). Such continuously decreasing cooling rates require that a range of temperatures is specified in order to define a working and practically relevant cooling rate to relate to the transformation products observed in the samples. In the context of sinter-hardenability where a fully martensitic structure is desired, it is necessary that both the formation of pearlite and bainite is avoided in order for the samples to fully transform to martensite. For the steels of interest here, the transformation of bainite occurs in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) [4,5]. Thus, for this work, the cooling rate in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) was used to relate the transformation products observed. For example, the cooling rate measured in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) in curves 1 and 5 in Figure 6.4 a) is ≅ 23 °C/min and ≅ 10 °C/min respectively.

6.5.2 Apparent hardness vs cooling rate diagrams

Figure 6.5 shows the apparent hardness of the samples as a function of cooling rate in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) and for three different densities (6.6, 6.9 and 7.1 g/cm^3). At relatively low cooling rates, the apparent hardness

increases rapidly with increasing cooling rate to reach a plateau for cooling rates larger than 30-35°C/min. The apparent hardness is then approximately 35, 45 and 48 HRC for a cooling rate of 35°C/min and densities of 6.6, 6.9 and 7.1 g/cm^3 respectively. In order to compare these apparent hardness values with the full hardening potential of the material, some samples were water quenched from the austenitization temperature and their apparent hardness measured. These apparent hardness values are also included in Figure 6.5 (apparent hardness values for the WQ samples). The apparent hardness of the water quenched samples is within an experimental error equal to the apparent hardness of samples continuously cooled at a rate larger than 35°C/min. Thus, cooling at rates larger than 35°C/min will permit the full hardening potential of this material to be achieved by sinter-hardening.

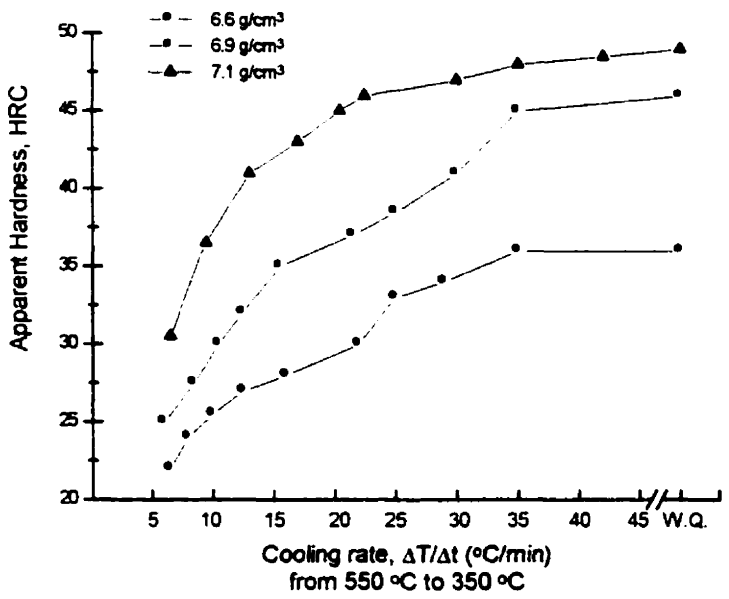


Figure 6.5 : Apparent hardness of MP55 as a function of cooling rate in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) for three densities (6.6, 6.9 and 7.1 g/cm^3).

6.5.3 Microstructural observations

Figures 6.6 a), b) and c) show optical micrographs of martensite (relatively white areas) and of black islands. The martensite areas are identified unambiguously in the optical microscope from the presence of characteristic needles. As mentioned before, however, the black areas may be constituted of pearlite and/or bainite and the resolution of the optical microscope is not sufficient to identify these two microconstituents unambiguously. Scanning electron microscopy is thus necessary and Figures 6.7 a) to 6.7 c) are SEM micrographs of the same areas to those of Figures 6.6 a) to 6.6 c) observed in the optical microscope. The black areas in the optical microscope now appear bright in the SEM and relatively high magnification SEM micrographs are necessary to distinguish pearlite from bainite making up these black islands. Thus, Figures 6.8 a) and 6.8 b) (taken at a magnification of X 3000) are higher magnification images taken in the SEM of the bainite and pearlite particles respectively which allow the feathery appearance of bainite and the very fine lamellae of pearlite to be distinguished. Table 6.2 shows the result of the stereological measurements for the samples of different densities and cooled at different rates. For a given density, the amount of martensite increases significantly with increasing cooling rate. For example, for a density of 6.9 g/cm^3, the amount of martensite increases from 24% to 90% as the cooling rate increases from 6°C/min to 35°C/min. It should be noted that the amount of martensite increases at the expense of bainite and that pearlite is not generally observed in these samples except for one sample cooled at the lowest rate (6.5°C/min). It is possible, therefore, with samples of the

powder mix studied here to achieve a wide range of microstructures (containing different amounts of martensite and bainite) by controlling the cooling rate after sintering.

Table 6.2 : Results of the stereological measurements obtained for the MP55 alloy pressed at three densities and cooled at different rates. The cooling rate given was measured in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) (See text for details).

Cooling rate from 550°C to 350°C in (°C/min) for three densities			Martensite (%)			Bainite (%)			Pearlite (%)		
6.6 g/cm³	6.9 g/cm³	7.1 g/cm³	6.6 g/cm³	6.9 g/cm³	7.1 g/cm³	6.6 g/cm³	6.9 g/cm³	7.1 g/cm³	6.6 g/cm³	6.9 g/cm³	7.1 g/cm³
6.5	6	6.5	20	24	25	75	76	75	5	---	---
8	8.5	9.5	46	55	62	54	45	38	---	---	---
10	10.5	13	63	68	79	37	32	21	---	---	---
12.5	12.5	17	69	72	81	31	28	19	---	---	---
16	16.5	20.5	75	77	86	25	23	14	---	---	---
22	21.5	22.5	81	83	87	19	17	13	---	---	---
25	25	30	85	84	90	15	16	10	---	---	---
29	30	35	88	89	92	12	11	8	---	---	---
35	35	42	90	90	93	10	10	7	---	---	---

--- not observed in these samples

a)

b)

c)

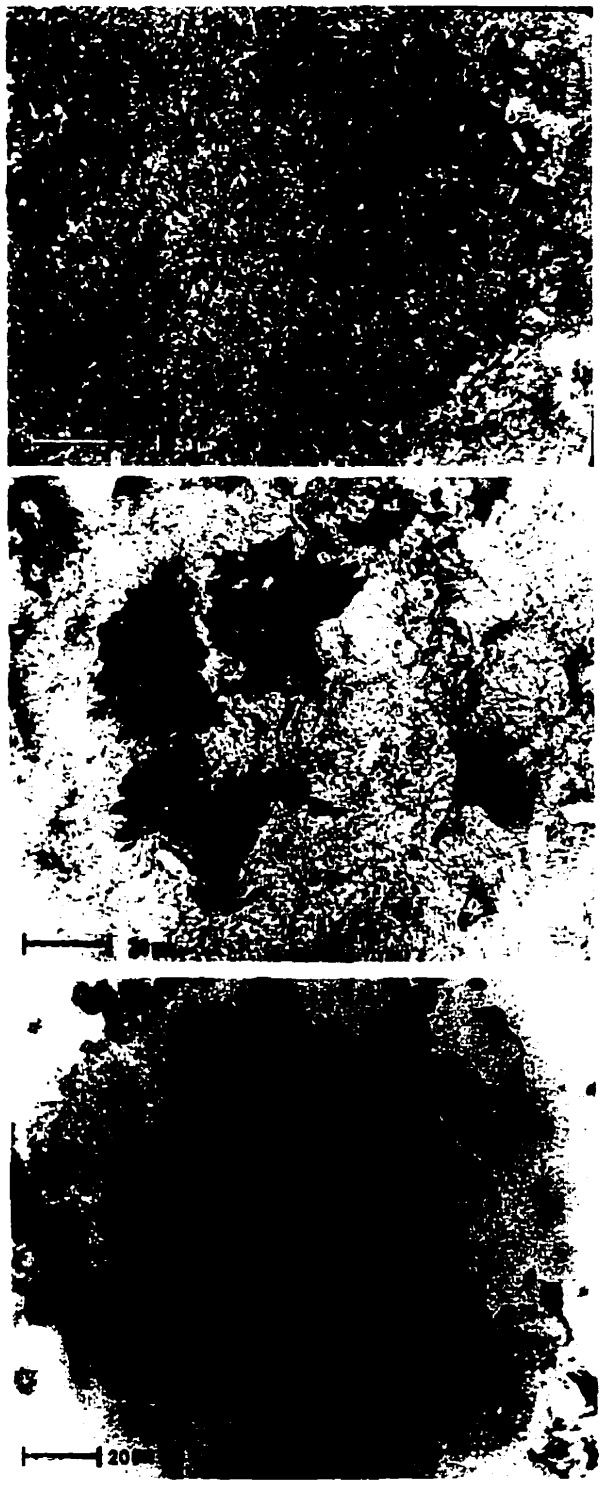


Figure 6.6 : Optical micrographs of a) martensite (X 500), b) black islands of bainite (X 750) (see figure 6.8 a) for higher magnification) and c) black islands of pearlite (X 750) (see figure 6.8 b) for higher magnification).

a)

b)

c)

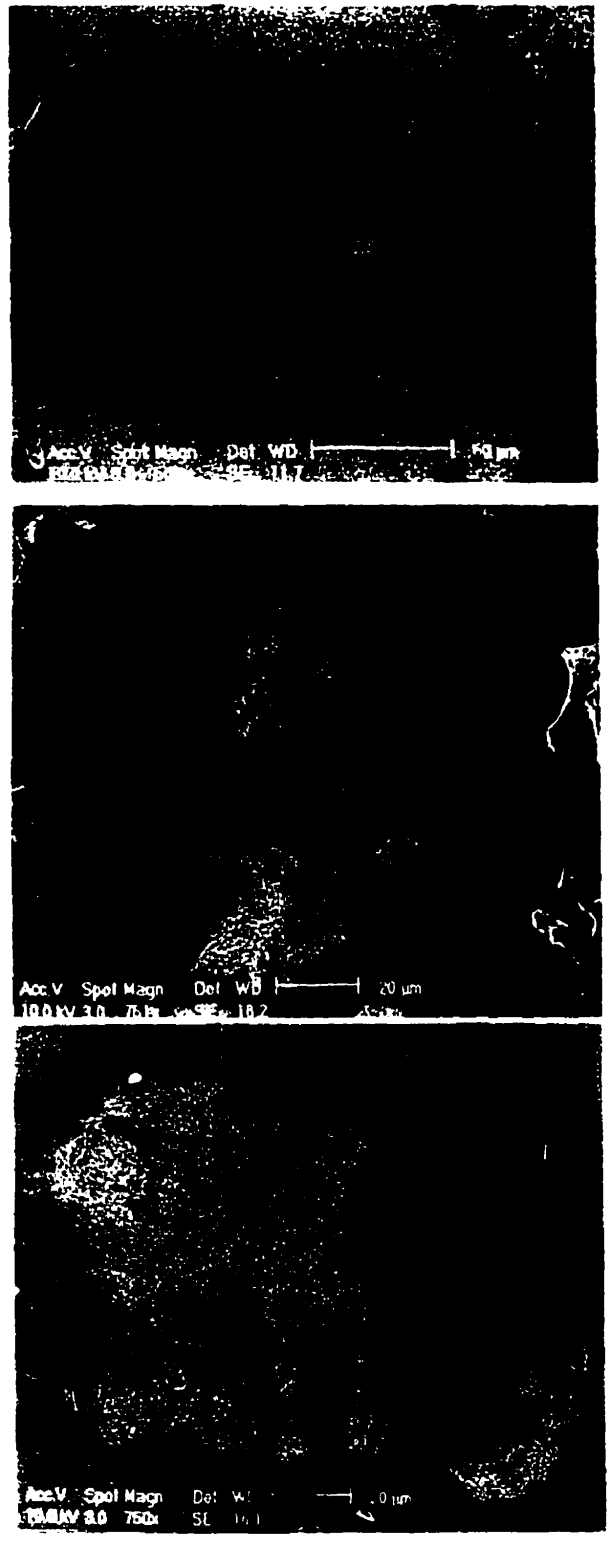


Figure 6.7 : SEM micrographs of a) martensite (X 500), b) bainite (X 750) (see figure 6.8 a) for higher magnification) and c) pearlite (X 750) (see figure 6.8 b) for higher magnification).

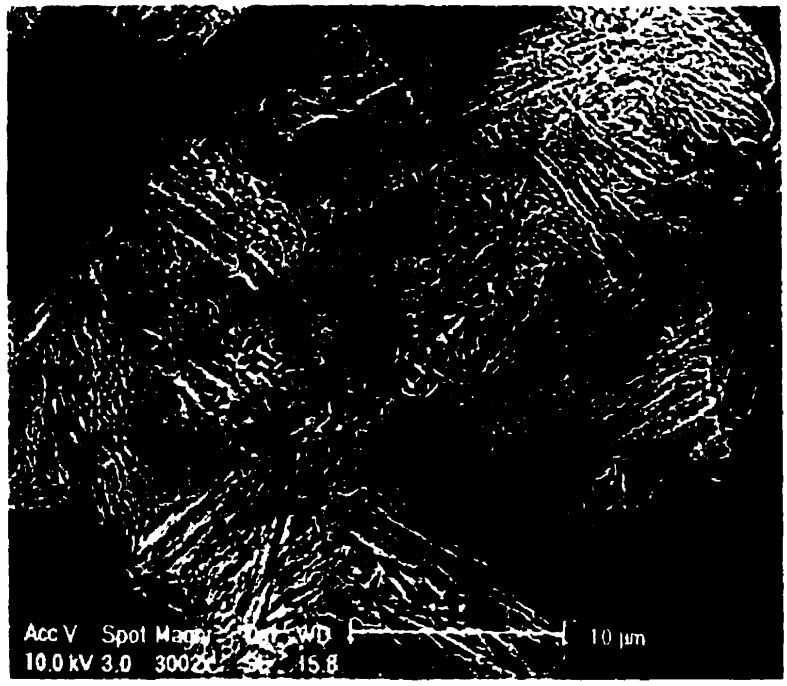


Figure 6.8 a): Higher magnification of the bainite particle in figure 6.7 b) (X 3000).

Figure 6.8 b): Higher magnification of the pearlite particle in figure 6.7 c) (X 3000).

It should also be noted that the cooling rate of 35°C/min needed to achieve the full hardening potential of the powder mix studied here is a relatively low cooling rate. This explains the fact that it has been possible to successfully sinter-harden parts made with this powder mix using conventional sintering furnaces in cases when fast cooling equipment is not available after the hot zone of the sintering furnace. When fast cooling is available, such relatively high sinter-hardening will allow the use of faster belt speeds or/and heavier loading resulting in higher productivity rates as well as the possibility to sinter-harden larger parts. On the other hand, for a given belt speed, belt loading and part size and geometry, the use of the powder mix studied here and faster cooling will result in a more robust process (more forgiving) with a larger operating window thereby ensuring consistent results. This is because of the shape of Figure 6.5 which shows that a plateau in apparent hardness is reached for cooling rates faster than 35°C/min so that the apparent hardness of the parts will always be the same provided that the local cooling rate in the area of interest of the part is larger than 35°C/min. Finally, slower critical cooling rates will permit use of slower cooling rates, thus lessening the risk of severe distortion or cracking that can result from martensite formation in the interior after surface transformation is complete.

6.5.4 Apparent hardness-cooling rate-microstructure diagrams

The apparent hardness measured as a function of cooling rate (Figure 6.5) and the stereological measurements given in Table 6.2 can be combined to produce diagrams relating the apparent hardness to the cooling rate and the microstructure. Such a diagram is shown in Figure 6.9 for samples of MP55 pressed to three densities. This diagram can be used to determine the cooling rate required to achieve a desired apparent hardness for a part of a given density. It also allows determination of the corresponding microstructure of the part having the specified apparent hardness value. For example, a part of MP55 cooled at a rate of 15.5°C/min (for a density of 6.9 g/cm^3) would have an apparent hardness of 35 HRC and that part would contain ≅ 77 % martensite.

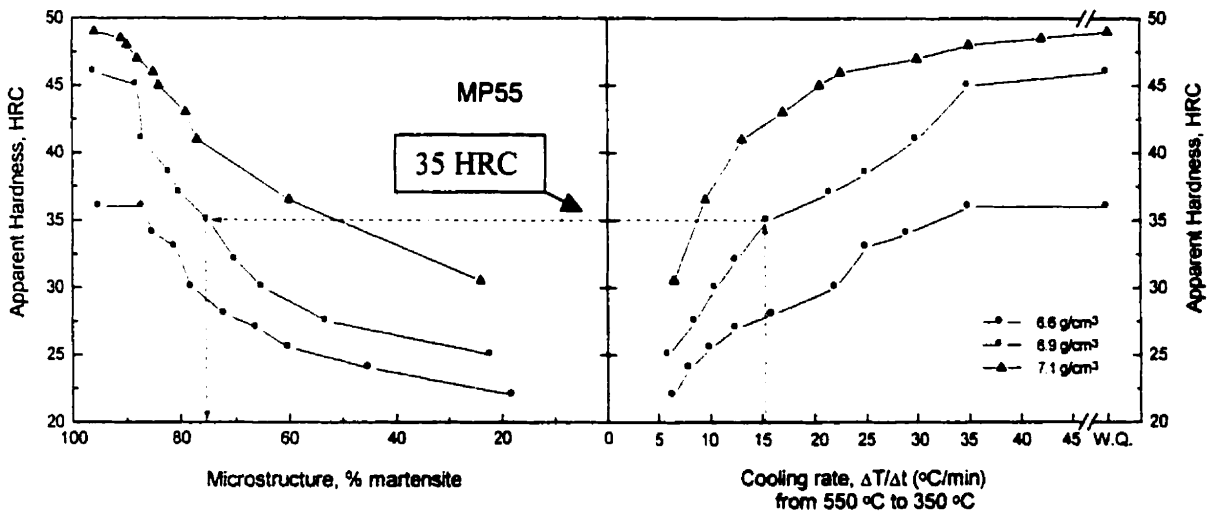


Figure 6.9 : Apparent hardness-cooling rate-microstructure diagrams from samples of MP55 pressed to three densities.

6.5.5 Expression to evaluate the apparent hardness as a function of cooling rate and density

The determination of the apparent hardness of sintered parts is a rapid and practical method to evaluate the hardenability of powder mixes under various sintering conditions. The experimental results presented so far can be used to predict the apparent hardness of parts as a function of cooling rate and density (Figure 6.9) for the powder mix of MP55 studied in this work. In this section, these experimental results will be used to derive a

mathematical expression to calculate the apparent hardness of sinter-hardened parts as a function of the density of the parts and the cooling rate after sintering. Clearly, the possibility to calculate easily the apparent hardness of the parts as a function of cooling rate and density would be of great value for the design of parts and for the optimization of the sintering process as will be shown in the next sections.

6.5.6 Effect of cooling rate

The first step to derive such an expression is to mathematically model the experimental data of the apparent hardness vs cooling rate diagram of Figure 6.5 to derive an expression giving the effect of cooling rate on apparent hardness. As shown in Figure 6.10, the exponential curves fitted are plotted as dashed lines and the average exponential relationship obtained from these three curves (See equations 6.1, 6.2 and 6.3) is given by equation 6.4.

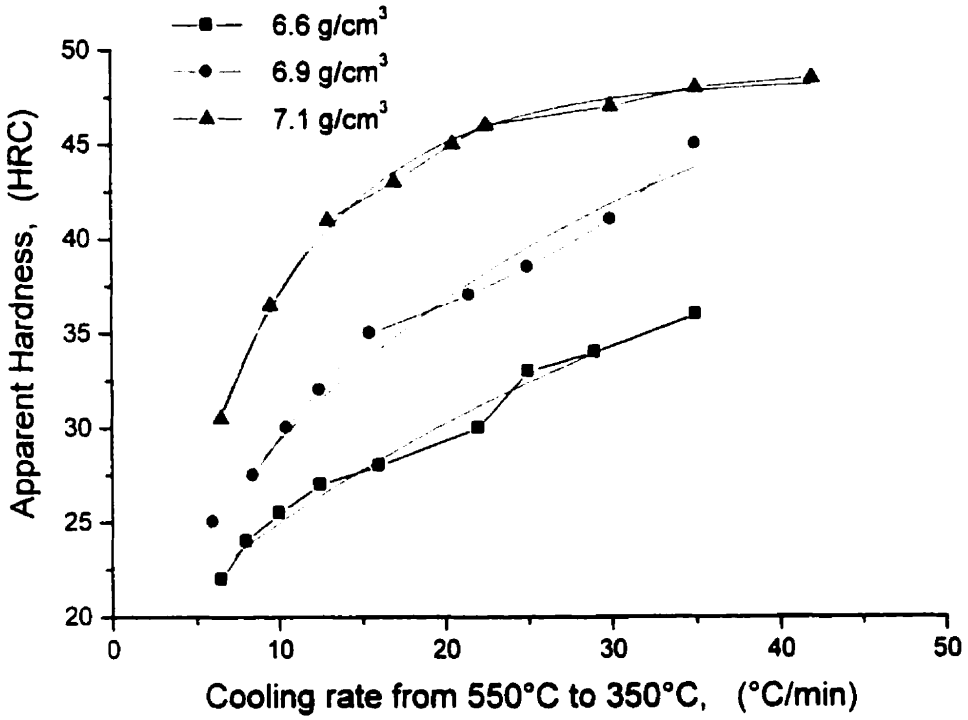


Figure 6.10 : Fitted exponential curves for the apparent hardness vs cooling rate diagram for the MP55 powder pressed to three different densities.

$$Apparent\ Hardness,(HRC) = 47.7 - 25\ e^{-\left(\frac{\frac{\Delta T}{\Delta t} - 6.5}{37.9}\right)} \qquad \text{(equation 6.1)}$$

$$Apparent\ Hardness,(HRC) = 52.9 - 27.4\ e^{-\left(\frac{\frac{\Delta T}{\Delta t} - 6}{26.3}\right)} \qquad \text{(equation 6.2)}$$

$$Apparent\ Hardness,(HRC) = 48.4 - 17.6\ e^{-\left(\frac{\frac{\Delta T}{\Delta t} - 6.5}{8.1}\right)} \qquad \text{(equation 6.3)}$$

$$Apparent\ Hardness,(HRC) = 49.7 - 23.4\ e^{-\left(\frac{\frac{\Delta T}{\Delta t} - 6.3}{24.1}\right)} \qquad \text{(equation 6.4)}$$

6.5.7 Effect of density

The second step to derive an equation to predict the apparent hardness of sintered parts is to model the effect of density on the apparent hardness. In order to isolate the effect of density we plotted the apparent hardness of water quenched samples thereby eliminating the effect of cooling rate on our measurements. The results are shown in Figure 6.11 from which a linear relationship between apparent hardness and density is obtained. This relationship is given by equation 6.5 and is plotted in Figure 6.11 as a dashed line. Clearly this equation fits the experimental data very well.

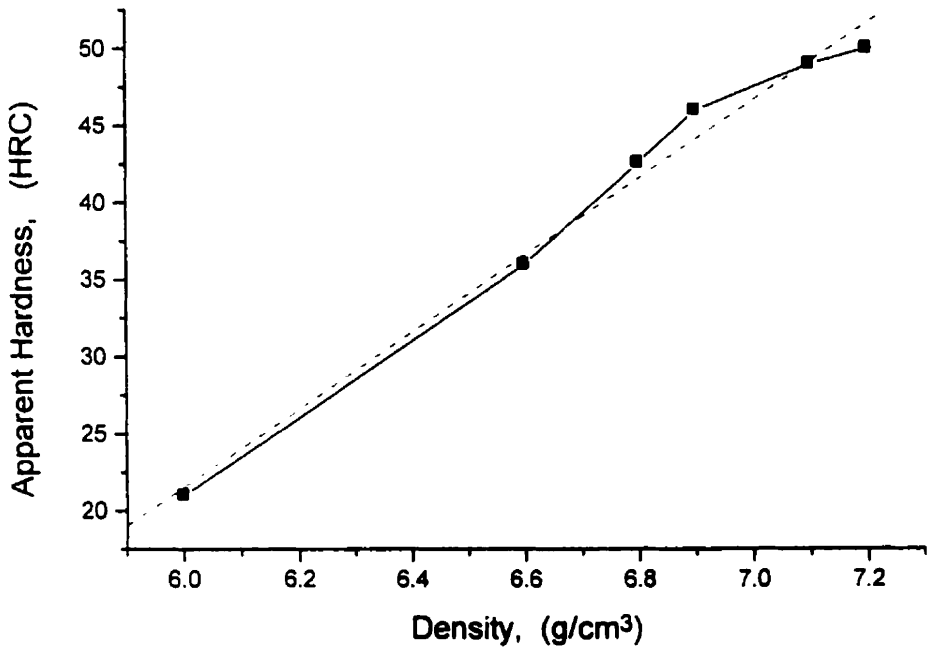


Figure 6.11: Diagram showing the apparent hardness of MP55 Water-Quenched samples as a function of density.

$$Apparent\ Hardness, (HRC) = 25.1\ (\rho) - 129.3 \qquad \text{(equation 6.5)}$$

6.5.8 Regrouping of the equations

The final step is to regroup the equations giving the effect of cooling rate and density in one equation including the effect of both process parameters. The expression obtained is given by equation 6.6. A comparison of this equation with equations 6.4 and 6.5 shows that the members describing the effect of cooling rate and density are identical to those in equations 6.4 and 6.5 respectively and that the constant is the only difference. This constant was obtained from the apparent hardness values in Figure 6.6. As mentioned before, these apparent hardness values were measured for different cooling rates and densities, thus the constant was the only unknown parameter. This operation was done for six different points and the average constant is given in equation 6.6.

In order to test the validity of equation 6.6 the apparent hardness of samples pressed at different densities and cooled at different rates was calculated using equation 6 and compared with the apparent hardness measured experimentally for identical samples. The comparison is shown in Table 6.3. The apparent hardness values calculated are all, within experimental errors, equal to the apparent hardness values measured.

$$Apparent\ Hardness,(HRC) = 25.1\ (\rho) - 23.4\ e^{-\left(\frac{\frac{\Delta T}{\Delta t} - 6.3}{24.1}\right)} - 123 \quad \text{(equation 6.6)}$$

Table 6.3 : Comparison of the apparent hardness measured with the Wilson Rockwell hardness tester versus the apparent hardness calculated from equation 6.6.

Cooling rate from 550°C to 350°C, (°C/min)	Density, (g/cm^3)	Apparent hardness calculated, (HRC)	Apparent hardness measured, (HRC)
15.5	6.9	34.2	35
17	7.1	40.2	43
30	6.9	41.4	41
30	7.1	46.5	47
22	6.6	30.5	30

6.5.9 Part design and sintering process optimization

One of the important parameters that needs to be known to design sinter-hardening parts and optimize the sintering process is the possible cooling rate for a given furnace operated under specific conditions. One way to determine the cooling rate in the cooling portion of the sintering cycle is to measure the thermal profile of the furnace by passing a thermocouple through the furnace. This technique, however, is fairly laborious and time

consuming. An alternative, relatively more simple technique, is to process samples or preferably samples with a geometry similar to that of the parts of interest made with a powder mix for which the sinter-hardening is known such as the one described in this paper. Such samples/parts can then be processed with the processing conditions of interest and the apparent hardness measured in the more critical area of the samples/parts. The cooling rate in any given area of the sample/part can then be determined from the apparent hardness value measured in these areas and the data in Figure 6.10 (or equation 6.6). Thus, if the apparent hardness measured from a sample/part made with the MP55 powder mix (at a density of 6.9 g/cm^3) described here was 34 HRC then the cooling rate would be determined to be 15.5 °C/min in that area. It should be emphasized, however, that such predictive capability will only be meaningful if the sample/part is made with the same MP55 steel powder mix as that used in this work and if the carbon content of that sample/part is nearly the same as the one employed in this investigation (0.8 w/o).

Once the cooling rate is known for specific operating conditions, this information can be used for part design and the optimization of the sintering process. Two cases will be considered to illustrate the methodology. The first case illustrated in Figure 6.12 a) shows a process optimization chart for the situation when both the apparent hardness and the density of the part are initially specified. These specified values can then be used with equation 6.6 to calculate the cooling rate required, $(\Delta T/\Delta t)_R$, to achieve the desired apparent hardness with the MP55 – 2 w/o Cu - 0.8 w/o C mix. The cooling rate required calculated in this way can then be compared with the cooling rate of the furnace,

$(\Delta T/\Delta t)_F$, determined with the samples/parts as described above in order to establish the process capability for this part. If $(\Delta T/\Delta t)_R > (\Delta T/\Delta t)_F$, it would not be possible to achieve the apparent hardness required for the density specified and possible changes include : (1) increasing the cooling rate of the furnace (2) change the specifications of the part or (3) change the powder mix to use a more hardenable mix. On the other hand, if $(\Delta T/\Delta t)_R < (\Delta T/\Delta t)_F$, then the process should allow to achieve the required apparent hardness for the part density specified and the MP55 - 2 w/o Cu - 0.8 w/o C mix. The difference between the furnace cooling rate and the required cooling rate is an indication of the process robustness, that is its potential to achieve consistent results on a reproducible basis.

The second case in the process optimization chart in Figure 6.12 b) is one for which the part manufacturer has an additional degree of freedom since only the apparent hardness or the density is specified. In this case, equation 6.6 or Figure 6.10 can be used to calculate the density of the part required using the apparent hardness specified and the cooling rate of the furnace. On the other hand, if the density is specified, then the apparent hardness achievable for this part can be calculated. For example, a sample/part made with the MP55 powder mix pressed at a density of 7.1 g/cm^3 and cooled at a rate of 25 °C/min (specified cooling rate of the furnace) would have an apparent hardness of $\cong$ 44 HRC. Again if the process is shown not to be capable of achieving the specifications, then the necessary changes in density (when the apparent hardness is specified) or in cooling rate of the furnace (in the case when the density is specified) can be calculated

from equation 6.6. Such calculations at this stage of part design before any trials are carried out can lead to significant saving in design time and reduced cost of engineering and trials.

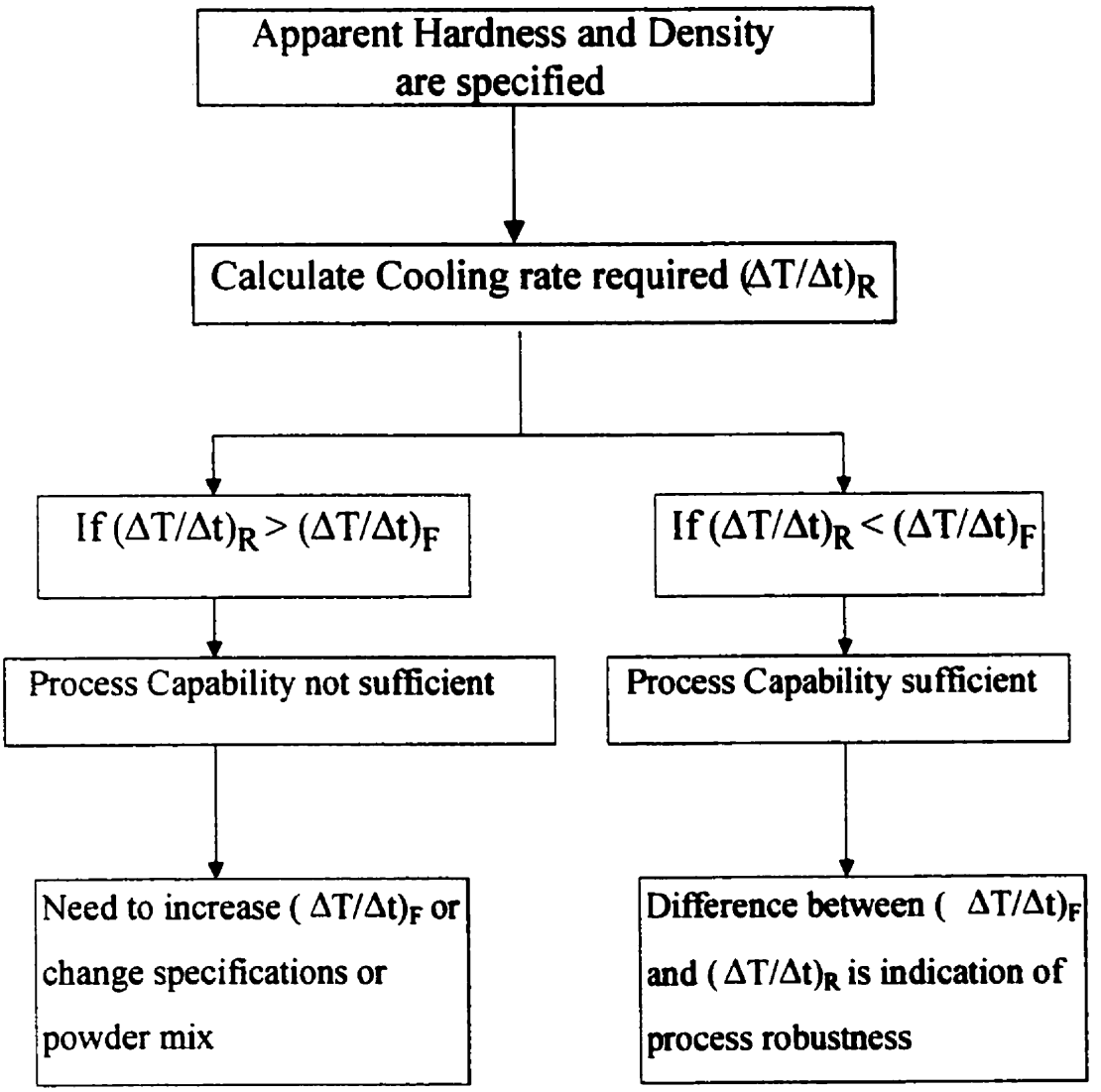


Figure 6.12 a): Process optimization when the apparent hardness and density are specified.

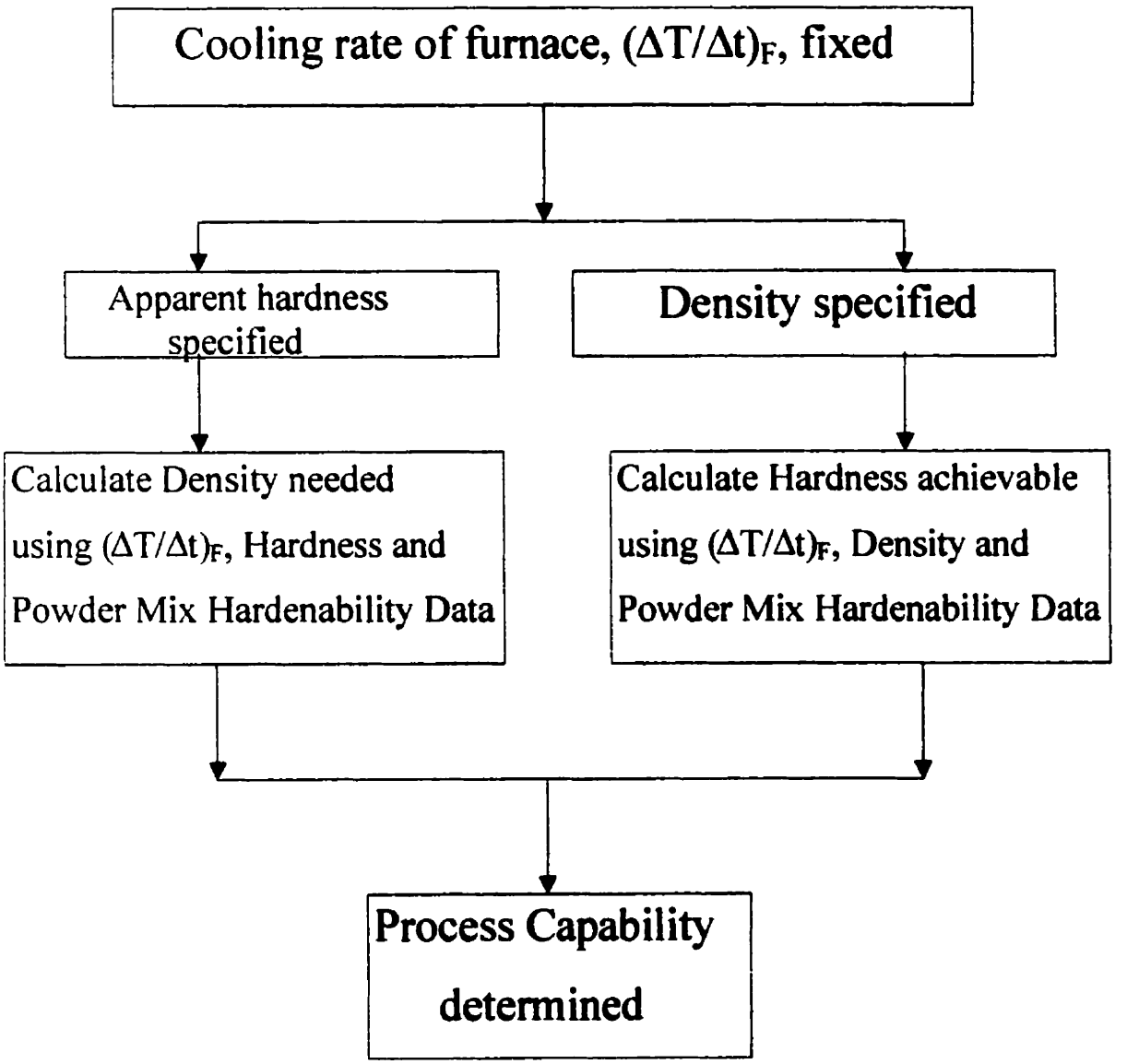


Figure 6.12 b): Process optimization when the cooling rate of the furnace is fixed and the apparent hardness or the density of the part is specified.

6.6 CONCLUSIONS

1. An experimental procedure has been developed to simulate different rates of cooling of sintering cycles. The technique uses five thermocouples along a 10 cm (4 in.) long sample to measure internal cooling rates to which specific areas of the sample are submitted. The apparent hardness and the microstructure of the same areas are also characterized allowing the construction of apparent hardness-cooling rate-microstructure relationships for parts made of a given powder and/or density. Thus cooling rates larger than 35°C/min in the temperature range from 550°C to 350°C (1022°F to 662°F) allowed achievement of the full hardening potential of MP55 powder.

2. The results obtained from this technique were modeled to develop a mathematical expression relating the apparent hardness of sinter-hardened parts to the cooling rate and the density. This expression is shown to be useful to determine the cooling rate required to achieve a given apparent hardness of the part as well as to predict the effect of density on the apparent hardness of the part. The data generated can serve to optimize the sintering process and the selection of powder mixes in order to achieve the full potential of sinter-hardening powders. It can also be useful in the initial design of parts to reduce engineering costs and trials. It should be emphasized, however, that the empirical equation presented in this article only applies to samples/parts

made with the MP55 steel powder mix used in this work and samples/parts containing 0.8 w/o. Further work is required to determine the effect of carbon content and of the chemical composition of the base steel powder.

3. A procedure has been elaborated for a complete characterization of the chemistry and stereological parameters of all microconstituents. This technique combines the stereological parameters obtained by image analysis and the chemistry determined with EDS in the SEM.

6.7 REFERENCES

[1] C. Skena, T. Prucher, R. Czarnek and J. Jo, "Hardenability Characteristics of P/M Alloy Steels", The International Journal of Powder Metallurgy, 1997, vol. 33, no 7, pp. 25-35.

[2] A.B. Davala, A.H. Graham and R.J. Causton, "Effect of Process Conditions upon Sinter-Hardening Response of FLC-4608 Materials", Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, vol. 2, 1997, Metal Powder Industries Federation, Princeton, N.J., p. 81.

[3] T.A. Parker, A. Lawley and R.J. Causton, "Determination of the Hardenability of Fully Dense and Porous Steels", Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, vol. 2, 1994, Metal Powder Industries Federation, Princeton, N.J., pp. 27-50.

[4] G. L'Espérance, S. Harton, A. de Rege and S. Nigarura, "Evaluation of the Hardenability Microstructure and Properties of Various Sintered Hardening Alloys", vol. 8, 1995, in Proc. Conf., Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, MPIF, Princeton, N.J., pp. 3-25.

[5] G. L'Espérance, E. Duchesne et A. de Rege, "Effect of Materials and Process Parameters on the Microstructure and Properties of Sinter-hardening Alloys", vol. 11, 1996, in Proc. Conf., Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, MPIF, Princeton, N.J., pp.397-413.

6.8 ACKNOWLEDGEMENTS

The authors wish to thank Jean Claudinon and Benoit Julien for samples preparation. They also wish to thank Jacques Desrochers for the preparation of figures. The work was partly funded by the Visa program of the Ministry of Industry Commerce and Technology (MICT) of Quebec.

6.9 Effet du pourcentage de carbone

L'équation mathématique développée dans les sections précédentes qui prédit la dureté apparente des pièces de MP55 ne tenait pas compte du pourcentage de carbone. Cette équation n'était applicable que pour des pièces de MP55 contenant 1 % graphite (≅ 0.8 % C après frittage). L'influence de la teneur en carbone sur la dureté de la martensite a été présentée dans le chapitre 1 (voir figure 1.1). Une augmentation de la teneur en carbone augmente la dureté de la martensite et par conséquent augmentera la dureté apparente de la pièce. Le carbone dans les poudres d'acier provient normalement de l'ajout de graphite avant le pressage des pièces afin de ne pas nuire à la compressibilité de celles-ci. La figure 6.13 présente l'effet du pourcentage de carbone sur la dureté apparente d'échantillons de MP55 trempés à l'eau et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3. Les résultats indiquent que la dureté apparente des pièces dépend de la teneur en carbone et cette influence est plus prononcée pour des faibles teneurs en carbone. Nous pouvons remarquer également sur la figure 6.13, en trait hachuré, la courbe de la relation polynomiale de second degré tirée à partir des résultats obtenus. Cette relation polynomiale de l'effet du pourcentage de carbone sur la dureté apparente est présentée à l'équation 6.7. L'intégration de l'équation 6.7 et donc de l'effet du pourcentage de carbone dans l'équation 6.6 développée lors des sections précédentes nécessite l'évaluation d'une nouvelle constante. L'équation 6.8 donne l'équation finale de la dureté apparente de pièces de MP55 en fonction de la densité, du taux de refroidissement et du pourcentage de carbone .

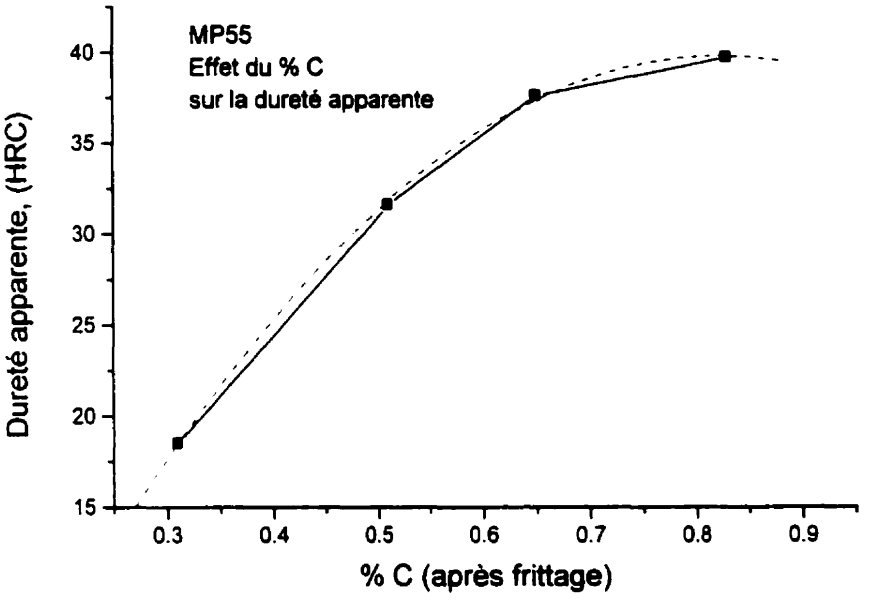


Figure 6.13 : Effet du pourcentage de carbone sur la dureté apparente d'échantillons de MP55 trempés à l'eau et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3.

$$\textit{Dureté apparente},(HRC) = 133.5\ (\%C) - 81.1(\%C)^2 - 15.2 \quad \text{(équation 6.7)}$$

$$\textit{Dureté apparente},(HRC) = 25.1\ (\rho) - 23.4\ e^{-\left(\frac{\frac{\Delta T}{\Delta t} - 6.3}{24.1}\right)} + 133.5(\%C) - 81.1(\%C)^2 - 177.8 \quad \text{(équation 6.8)}$$

Afin de valider l'équation 6.8 développée, le tableau 6.4 donne les valeurs de dureté apparente obtenue à partir de cette équation en comparaison avec les valeurs obtenues et présentées au tableau 6.3. Nous remarquons que les valeurs calculées à partir de l'équation 6.8 sont pratiquement les mêmes que celles calculées à partir de l'équation 6.6.

Il serait intéressant de pouvoir réaliser des essais avec des teneurs en carbone et des taux de refroidissement variables afin de valider l'équation 6.8 pour une plus grande gamme de paramètres expérimentaux.

Tableau 6.4 : Comparaison de la dureté apparente mesurée avec l'appareil de dureté versus la dureté apparente calculée à partir de l'équation 6.6 et à partir de l'équation 6.8.

Taux de refroidissement de 550°C à 350°C (°C/min)	[illegible] (%C)	[illegible]	[illegible]	[illegible]
15.5	6.9	35.4	36.6	35
17	7.1	42.5	42.6	43
30	6.9	41.3	42.5	41
30	7.1	47.2	47.5	47
22	6.6	30	32.8	30

6.10 CONCLUSION

Les principaux faits saillants de ce chapitre qui porte sur la caractérisation de l'autotrempabilité des pièces autotrempantes peuvent être résumés ainsi :

- Une expression mathématique reliant la dureté apparente des pièces autotrempantes au taux de refroidissement, à la densité et au pourcentage de carbone pour la poudre autotrempante MP55 a été développée à partir de l'analyse des diagrammes de mise en œuvre dureté apparente-taux de refroidissement-microstructure. Cette expression sera utile afin de déterminer le taux de refroidissement nécessaire pour atteindre une dureté apparente donnée en plus de prédire l'effet de la densité et du pourcentage de carbone sur la dureté apparente de la pièce. Les résultats générés peuvent servir à optimiser le procédé de frittage et la sélection d'un mélange de poudre afin d'atteindre le plein potentiel des poudres autotrempantes. Cette méthodologie peut également être utile lors du design initial de pièces autotrempantes en diminuant le nombre d'essais pour obtenir une dureté apparente donnée et par conséquent le coût associé à ces essais.

- Une procédure de caractérisation complète de la chimie et des paramètres stéréologiques de tous les microconstituents des pièces autotrempantes a été développée. Cette procédure combine l'analyse en sélection d'énergie des rayons-X

par microscopie électronique à balayage pour la chimie et l'analyse d'images pour la détermination des paramètres stéréologiques.

CHAPITRE 7

PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES PIÈCES FABRIQUÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES

7.1 INTRODUCTION

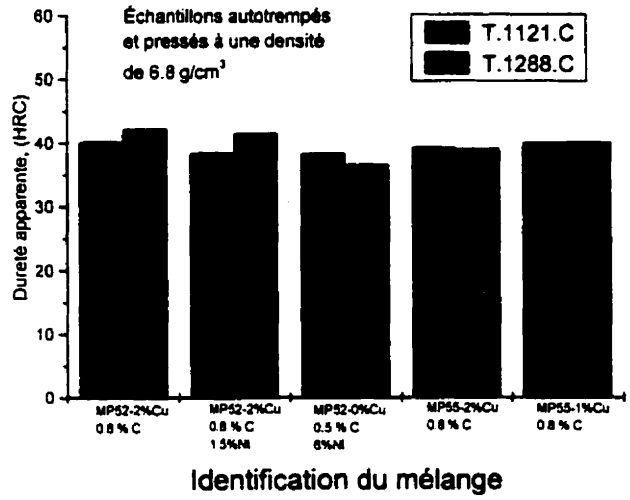
Ce chapitre porte sur l'effet de certains paramètres expérimentaux sur les propriétés mécaniques des pièces autotrempantes fabriquées par métallurgie des poudres. Les paramètres expérimentaux étudiés sont la température de frittage, la densité, l'ajout de nickel et de cuivre et le revenu. Les propriétés mécaniques évaluées sont la dureté apparente, la ténacité et la résistance à la traction. Les mélanges de poudres autotrempantes étudiés sont présentés au tableau 2.2. Les résultats obtenus sont ensuite comparés avec les standards de MPIF et les résultats de la littérature pour des mélanges autotrempants et revenus semblables. Les échantillons caractérisés ont tous une structure entièrement martensitique afin que la comparaison avec les mélanges des standards de MPIF et ceux de la littérature soit réalisable.

7.2 Effet de la température de frittage pour les deux poudres de base

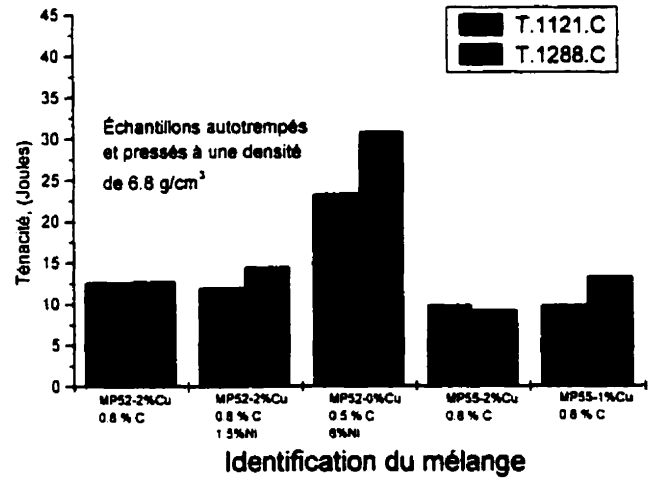
Le frittage des échantillons a été réalisé sous des conditions industrielles pendant 30 minutes dans une atmosphère d'ammoniaque dissociée. Les températures de frittage étudiées sont 1121°C (2050°F) et 1288°C (2350°F). Il est généralement bien connu qu'une augmentation de la température de frittage a un effet bénéfique sur les propriétés

d'une pièce fabriquée par M/P. La dureté apparente, la résistance, la ductilité, la conductivité thermique, la conductivité électrique, la perméabilité magnétique, la résistance à la corrosion, ainsi que d'autres propriétés augmentent avec une augmentation de la température de frittage (German, 1994). Les figures 7.1 a) à c) présentent des histogrammes de la dureté apparente, de la ténacité et de la résistance à la traction respectivement pour deux températures de frittage réalisés sur des mélanges de poudres autotrempés et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3. Nous remarquons que les mélanges frittés à une température de 1288°C (2350°F) ont généralement des valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction supérieures à celles des mélanges frittés à une température de 1121°C (2050°F). La poudre MP52 avec 6 % nickel et 0.5 % C (mélanges nos. 10 et 12) est celle qui montre une augmentation plus marquée de la ténacité (23.3 à 30.8 joules) et de la résistance à la traction (818 à 937 MPa). Ces observations peuvent également être faites sur les mélanges de poudres autotrempés, revenus et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 (voir figures 7.2 a) à c)), les mélanges de poudres autotrempés et pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 (voir figures 7.3 a) à c)) et les mélanges de poudres autotrempés, revenus et pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 (voir figures 7.4 a) à c)). L'augmentation de la valeur de la résistance à la traction est nettement plus élevée pour le mélange de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C autotrempé et pressé à une densité de 7.1 g/cm^3 (835 à 1353 MPa) que pour ceux pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 (818 à 937 MPa).

a)



b)



c)

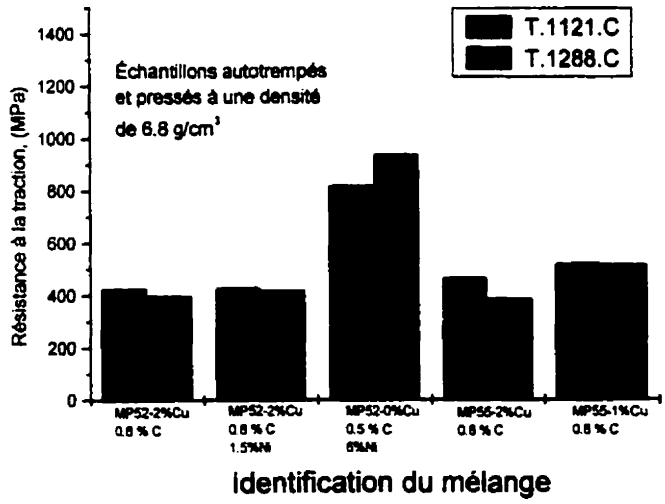
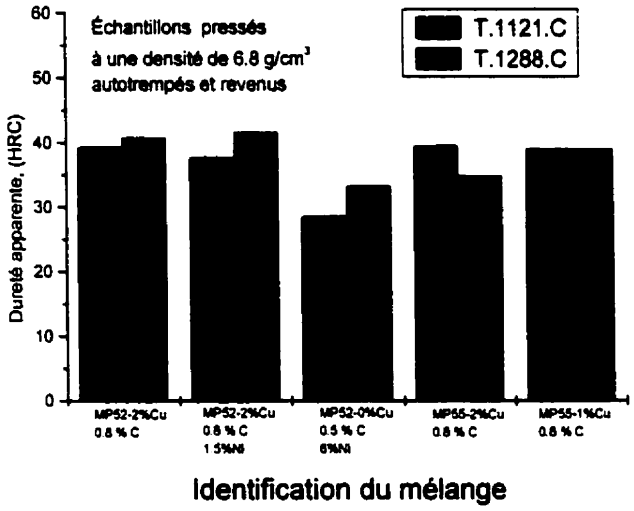
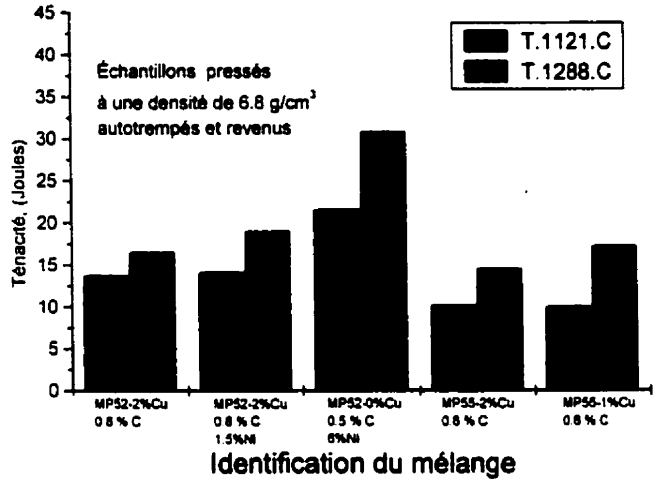


Figure 7.1 : Histogrammes de a) dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction pour deux températures de frittage réalisés sur des mélanges de poudres autotrempés et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3.

a)



b)



c)

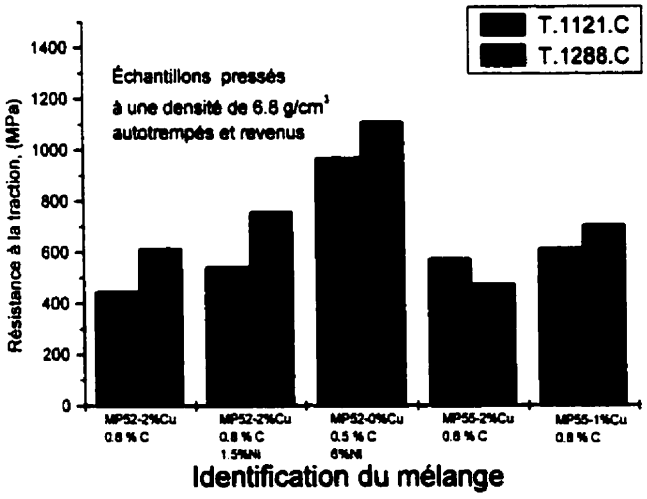
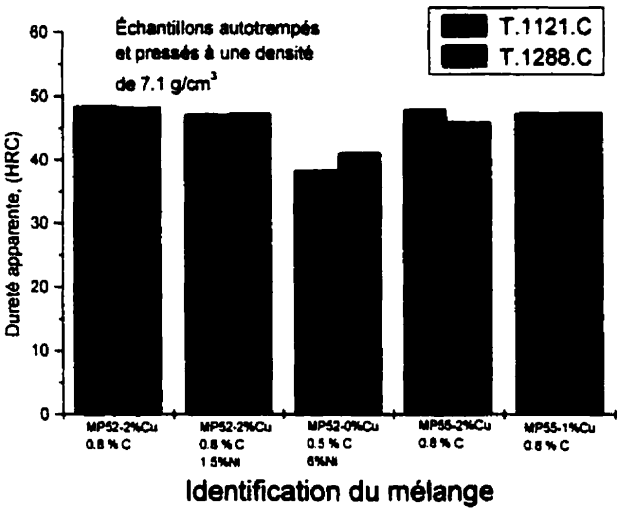
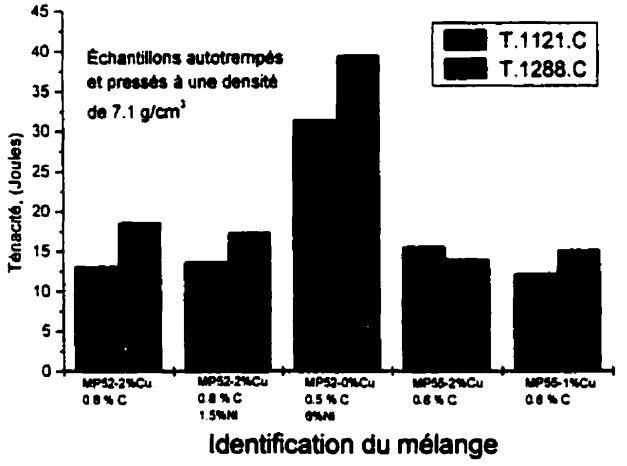


Figure 7.2 : Histogrammes de a) dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction pour deux températures de frittage réalisés sur des mélanges de poudres autotrempés, revenus et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3.

a)



b)



c)

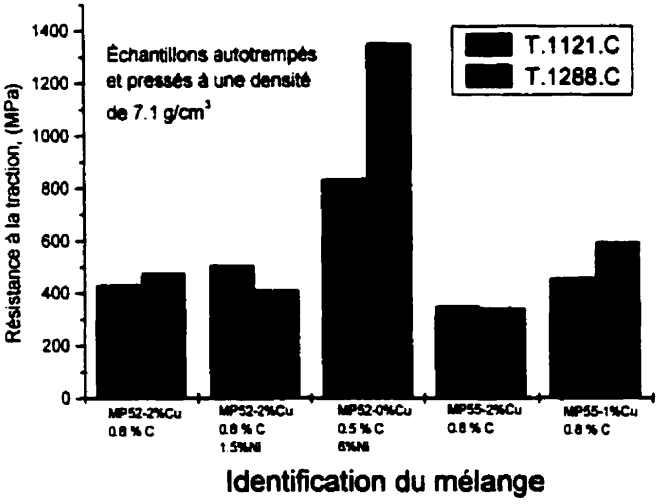
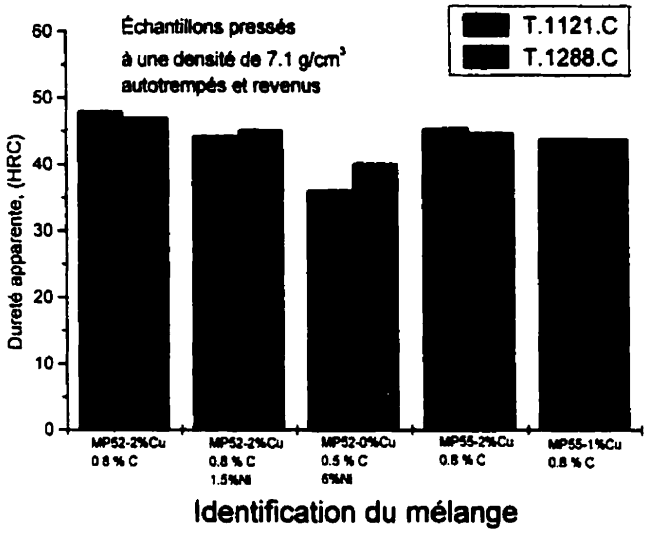
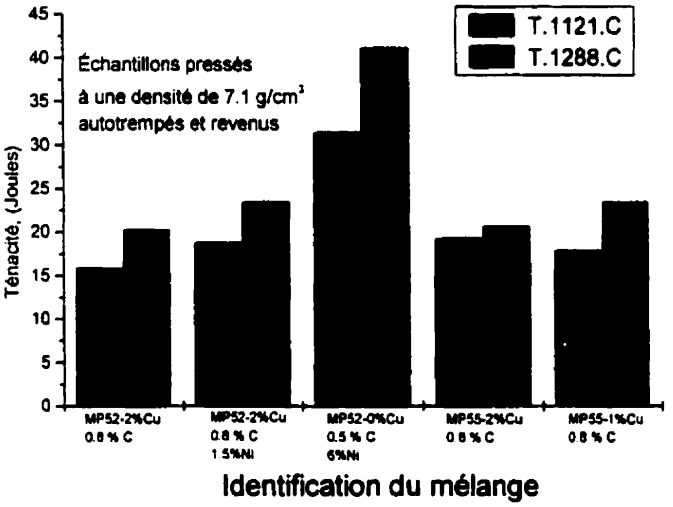


Figure 7.3 : Histogrammes de a) dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction pour deux températures de frittage réalisés sur des mélanges de poudres autotrempés et pressés à une densité de 7.1 g/cm^3.

a)



b)



c)

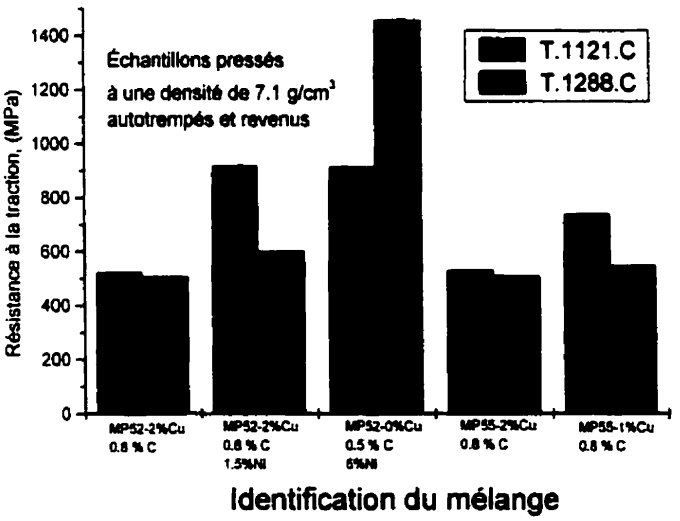


Figure 7.4 : Histogrammes de a) dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction pour deux températures de frittage réalisés sur des mélanges de poudres autotrempés, revenus et pressés à une densité de 7.1 g/cm^3.

Tableau 7.1 : Valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction obtenues pour les mélanges de poudres autotrempés.

Numéro du mélange	Identification de la poudre et des additifs	Densité à vert, (g/cm^3)	Température de frittage, (°C)	Dureté apparente (HRC)	Résistance à la traction (MPa)	Ténacité, (Joules)
1	MP52 2 % Cu 0.8 % C	6.8	1121	40.2	425	12.6
2		7.1		48.4	432	13.1
3		6.8	1288	42.2	398	12.7
4		7.1		48.2	477	18.6
5	MP52 2 % Cu 1.5 % Ni 0.8 % C	6.8	1121	38.4	428	11.9
6		7.1		47.1	506	13.7
7		6.8	1288	41.5	421	14.5
8		7.1		47.2	411	17.4
9	MP52 2 % Cu, 3.5 % Ni 0.8 % C	6.8	1121	35.6	440	14.6
10	MP52 6 % Ni 0.5 % C	6.8	1121	38.3	818	23.3
11		7.1		38.3	835	31.5
12		6.8	1288	36.5	937	30.8
13		7.1		41.1	1353	39.6
14	MP55 2 % Cu 0.8 % C	6.8	1121	39.3	465	9.8
15		7.1		47.9	351	15.6
16		6.8	1288	39	386	9.2
17		7.1		45.9	342	14
18	MP55 1 % Cu 0.8 % C	6.8	1121	40	520	9.8
19		7.1		47.3	457	12.2
20		6.8	1288	40.1	517	13.3
21		7.1		47.4	594	15.2
22	MP55 0 % Cu 0.8 % C	6.8	1121	47.3	485	11
23	MP55 2 % Cu, 2 % Ni 0.8 % C	6.8	1121	30.1	473	11.8
24	MP55 2 % Cu, 4 % Ni 0.8 % C	6.8	1121	22.7	404	13.1

Tableau 7.2 : Valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction obtenues pour les mélanges de poudres autotrempés et revenus.

Numéro du mélange	Identification de la poudre et des additifs	Densité à vert, (g/cm^3)	Température de frittage, (°C)	Dureté apparente (HRC)	Résistance à la traction (MPa)	Ténacité, (Joules)
1	MP52 2 % Cu 0.8 % C	6.8	1121	39.3	447	13.7
2		7.1		48	524	15.9
3		6.8	1288	40.7	616	16.5
4		7.1		47	507	20.3
5	MP52 2 % Cu 1.5 % Ni 0.8 % C	6.8	1121	37.7	544	14.1
6		7.1		44.3	917	18.8
7		6.8	1288	41.6	759	19
8		7.1		45.2	601	23.5
9	MP52 2 % Cu, 3.5 % Ni 0.8 % C	6.8	1121	33.3	545	19.7
10	MP52 6 % Ni 0.5 % C	6.8	1121	28.6	969	21.6
11		7.1		36.2	913	31.5
12		6.8	1288	33.3	1111	30.8
13		7.1		40.2	1459	41.2
14	MP55 2 % Cu 0.8 % C	6.8	1121	39.5	575	10.2
15		7.1		45.5	531	19.3
16		6.8	1288	34.8	476	14.5
17		7.1		44.8	510	20.7
18	MP55 1 % Cu 0.8 % C	6.8	1121	39	615	10
19		7.1		44	738	17.9
20		6.8	1288	38.9	706	17.2
21		7.1		44	547	23.5
22	MP55 0 % Cu 0.8 % C	6.8	1121	38.8	427	10.7
23	MP55 2 % Cu, 2 % Ni 0.8 % C	6.8	1121	26.9	455	13.1
24	MP55 2 % Cu, 4 % Ni 0.8 % C	6.8	1121	19.3	467	13.3

En terme de pourcentage, l'augmentation de la résistance à la traction passe de ≅ 62 % pour les échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 à ≅ 15 % pour les échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3. Une augmentation similaire peut être observée pour les mélanges autotrempés et revenus. À titre d'exemple, les mélanges de poudres nos. 11 (frittés à 1121°C) et 13 (frittés à 1288°C) autotrempés, revenus et pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 ont une augmentation de la valeur de résistance à la traction de 913 à 1459 MPa (≅ 60 %) par rapport aux échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 qui ont une augmentation de la valeur de résistance à la traction de 969 à 1111 MPa (≅ 15 %).

Ces résultats obtenus du mélange de poudres MP52 contenant 6 % Ni et 0.5 % C (pressé à une densité de 7.1 g/cm^3 et fritté à 1288°C) autotrempé et revenu de l'énergie d'impact (41.2 joules) et de la résistance à la traction (1459 MPa) représentent les meilleurs résultats obtenus et sont nettement plus élevés que les valeurs de la littérature ou des standards de MPIF (voir tableau 7.3). Il est à noter que les résultats des propriétés mécaniques obtenus avec les différents mélanges de MP52 et MP55 ne peuvent être tous comparés avec les standards de MPIF puisque l'information n'est pas fournie. Par exemple, les propriétés mécaniques d'un alliage FLN6-4405 ne sont pas disponibles. Par conséquent, les propriétés mécaniques des mélanges de poudres MP52 auquel 6 % de Ni et 0.5 % C (mélanges 10 à 13) sont ajoutés ne peuvent être comparées avec les standards de MPIF ou les résultats obtenus par certains chercheurs. Les tableaux 7.1 et 7.2 montrent les valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction obtenues pour les mélanges de poudres autotrempés et les mélanges autotrempés et revenus respectivement.

Le tableau 7.3 présente la comparaison des résultats obtenus dans ce travail avec ceux du tableau 1.5 pour des échantillons de poudres pré-alliées sans nickel ajouté comme poudre élémentaire. D'après le tableau 7.3, la comparaison des résultats obtenus pour les poudres MP52 et 4701 (pressées à une densité de 6.8 g/cm^3 avec 2 % Cu ajouté et 0.8 % C) frittées à une température de 1288°C montre que la poudre MP52 a une dureté apparente nettement supérieure à celle de la poudre 4701 (41 HRC vs 32 HRC) malgré le fait que la poudre 4701 soit plus trempante que la poudre MP52 (voir tableau 1.1). La ténacité de la poudre MP52 (16.5 Joules) est également légèrement plus élevée que celle de la poudre 4701 (15.6 Joules), tandis que la résistance à la traction est inférieure (616 MPa vs 723 MPa). Toutes ces valeurs obtenues pour les poudres MP52 et 4701 frittées à une température de 1288°C sont supérieures à celles obtenues pour les mêmes poudres frittées à une température de 1121°C. De plus, ces valeurs sont supérieures à celles de la poudre FLC-4608 des standards de MPIF (voir tableau 7.3). Les seules exceptions sont les valeurs obtenues de la résistance à la traction de la poudre MP52 frittée à une température de 1121°C (447 MPa pour les échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 et 524 MPa pour ceux pressés à une densité de 7.1 g/cm^3) qui sont inférieures à celles de la poudre FLC-4608 des standards de MPIF (552 MPa). La poudre 737SH (pressée à une densité de 6.9 g/cm^3 avec 2 % Cu ajouté et 0.83 % C et frittée à une température de 1121°C) est celle qui affiche le meilleur trio de propriétés avec une dureté apparente de 40 HRC, une excellente résistance à la traction de 1035 MPa et une ténacité de 16.3 joules.

Tableau 7.3 : Propriétés mécaniques obtenues dans ce travail pour des mélanges de poudres MP52 et MP55 pré-alliées sans nickel ajouté comme poudre élémentaire en comparaison avec les valeurs obtenues par certains chercheurs et des standards de MPIF.

Poudre et composition en élément de pré-alliage	Conditions et Additifs	Dureté apparente (HRC)	Résistance à la traction (MPa)	Ténacité, (Joules)
MP52 0.44% Mn, 0.44% Ni et 0.68% Mo	6.8 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	39	447	13.7
	6.8 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu $T°_{frittage}$: 1288°C $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	41	616	16.5
	7.1 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	48	524	15.9
MP55 0.5% Mn, 1.8% Ni et 0 73% Mo	6.8 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	40	575	10.2
	7.1 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	46	531	19.3
4701 0.45 % Mn, 0.9 % Ni, 1 % Mo et 0.5 % Cr (Chagnon et Trudel, 1997)	6.8 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu $T°_{revenu}$: 204°C (400°F)	27	702	10.4
	6.8 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu $T°_{frittage}$: 1288°C $T°_{revenu}$: 204°C (400°F)	32	723	15.6
	6.8 g/cm^3 0.65 % C et 2 % Cu $T°_{revenu}$: 204°C (400°F)	22	753	11.3
737SH 0.42 % Mn, 1.4 % Ni et 1.25 % Mo (Baran *et al.* 1999)	6.9 g/cm^3 0.83 % C et 2 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	40	1035 $T°_{revenu}$: 204°C (400°F)	16.3
Ancorsteel 4600V 0.17 % Mn, 1.85 % Ni et 0.55 % Mo (Rutz *et al.*, 1997)	7.0 g/cm^3 0.8 % C 2 % Cu $T°_{revenu}$: 193°C (380°F)	37	813	---
FLC-4608 Standards de MPIF 1.6-2 % Ni, 0.39-1.1 % Mo (MPIF Standard 35, 1994)	6.8 g/cm^3 0.6-0.9 %C 1-3 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	26	552	9
	7.0 g/cm^3 0.6-0.9 %C 1-3 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	31	690	12

7.3 Effet de la densité

L'effet d'une augmentation de la densité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres se traduit par une augmentation des propriétés mécaniques ce qui a été démontré dans les chapitres 1, 3 et 4. Les figures 7.5 a) à c) présentent les histogrammes obtenus à partir des différents mélanges autotrempés de la dureté apparente, de la ténacité et de la résistance à la traction en fonction de la densité. La figure 7.5 est une comparaison des résultats présentés aux figures 7.1 (échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3) et 7.3 (échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3) pour montrer l'effet de la densité. À part quelques exceptions, les propriétés mécaniques des échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 sont supérieures à celles des échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3. L'effet d'une augmentation de la densité des pièces poreuses est prédominant sur l'augmentation des propriétés mécaniques, plus particulièrement sur la dureté apparente. Par exemple, la dureté apparente des mélanges de poudres MP52 et MP55 autotrempés et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 est d'environ 40 HRC (sauf pour les mélanges avec 3.5, 4 et 6 % Ni ajouté comme poudre élémentaire). La dureté apparente de ces mêmes mélanges pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 est d'environ 47 HRC, ce qui représente une augmentation de l'ordre de 17.5 %. Le tableau 7.1 montre les valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction obtenues pour les mélanges de poudres autotrempés.

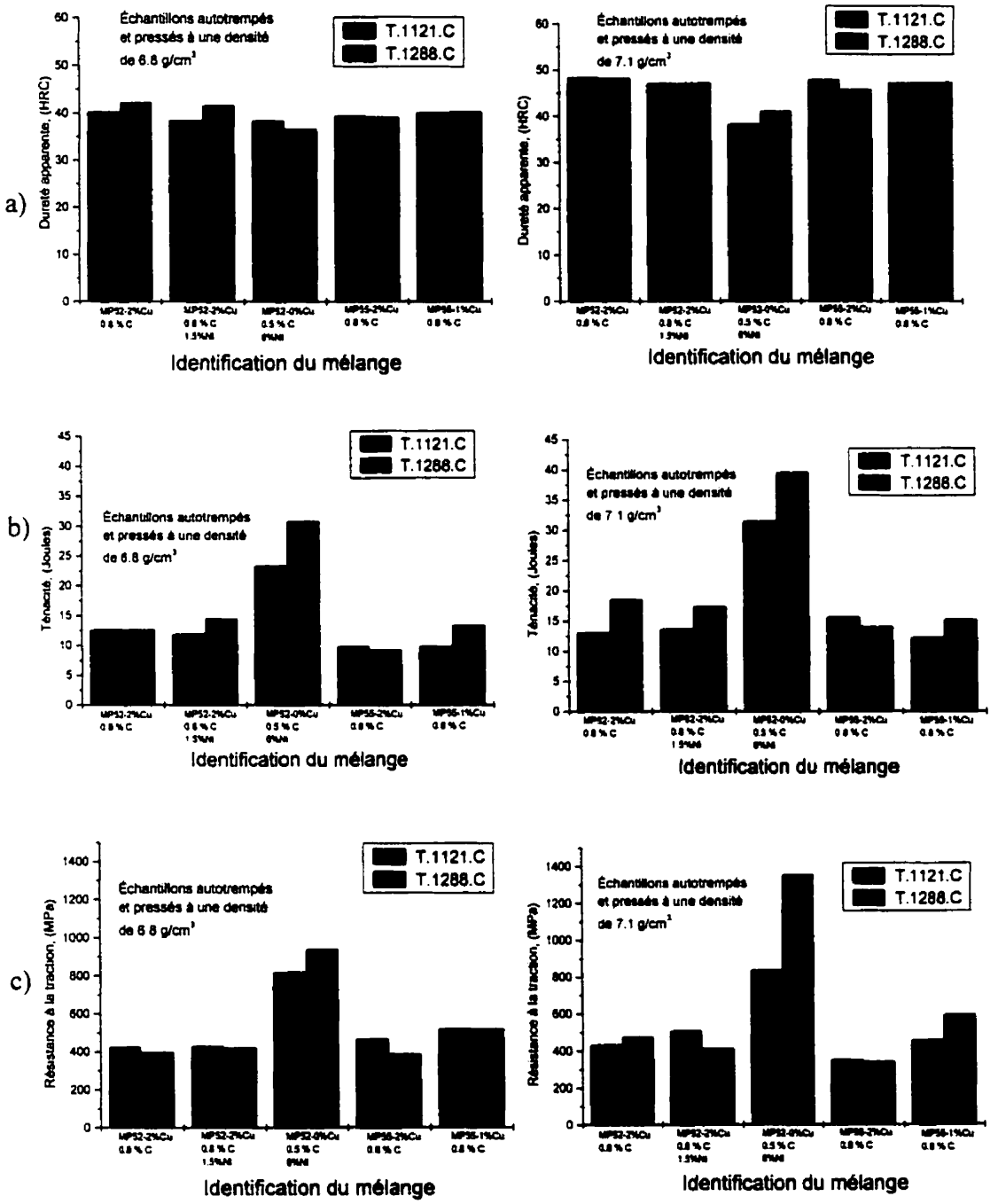


Figure 7.5 : Comparaison des résultats a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction des figures 7.1 (échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3) et 7.3 (échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3) pour montrer l'effet de la densité d'échantillons autotrempés.

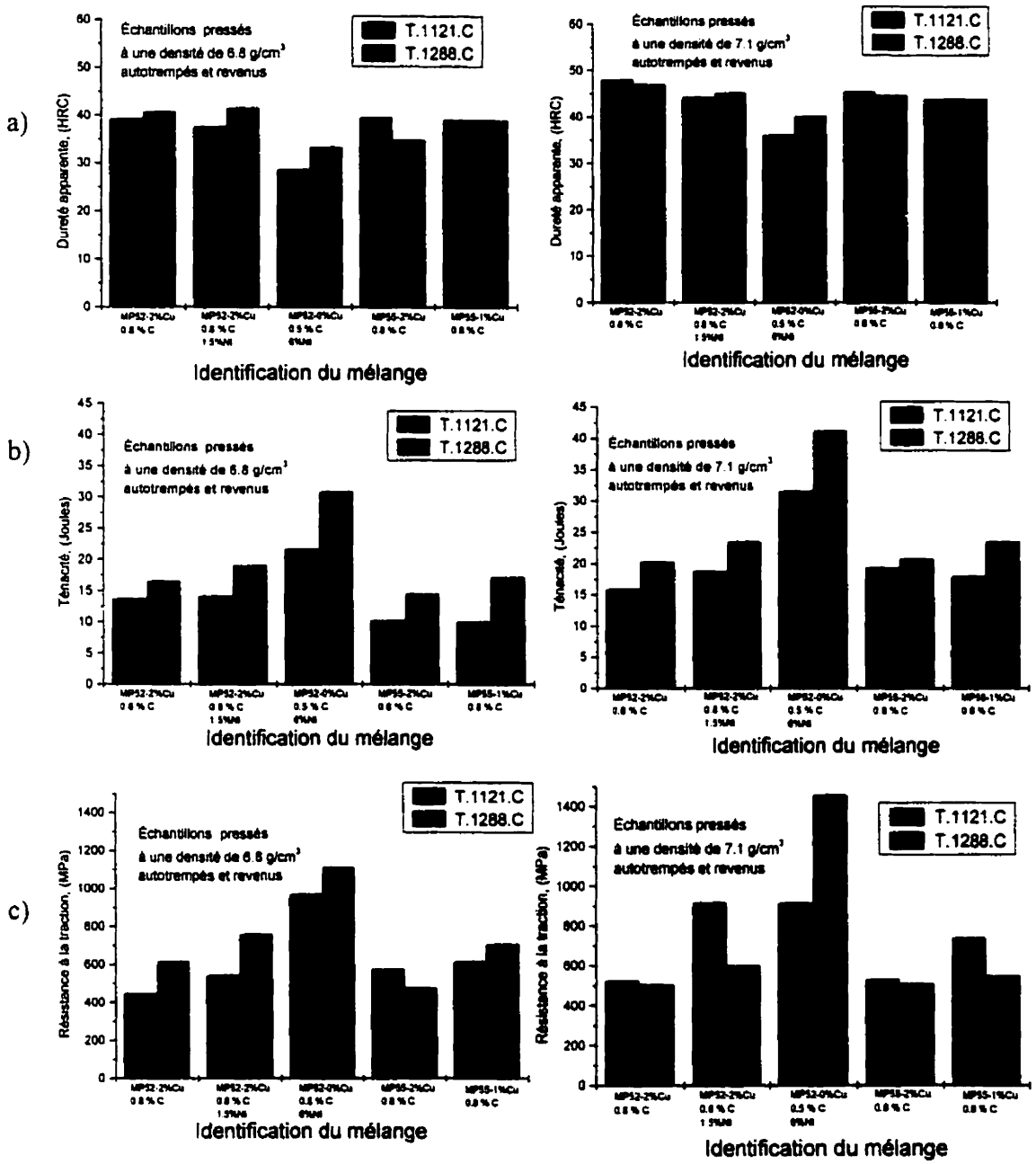


Figure 7.6 : Comparaison des résultats a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction des figures 7.2 (échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3) et 7.4 (échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3) pour montrer l'effet de la densité d'échantillons autotrempés et revenus.

Les figures 7.6 a) à c) présentent les histogrammes obtenus à partir des différents mélanges autotrempés et revenus de la dureté apparente, de la ténacité et de la résistance à la traction en fonction de la densité. La figure 7.6 est également une comparaison des résultats présentés aux figures 7.2 (échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3) et 7.4 (échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3) pour montrer l'effet de la densité, mais pour des échantillons revenus. Encore une fois, les mélanges pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 ont des valeurs de propriétés mécaniques généralement supérieures à celles des mélanges pressés à une densité de 6.8 g/cm^3. Le tableau 7.2 montre les valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction obtenues pour les mélanges de poudres autotrempés et revenus.

7.4 Effet du revenu

Nous avons pu constater lors du chapitre 1 (section 1.2) que la martensite était très dure mais également très fragile. Le revenu des pièces martensitiques est réalisé dans le but de rendre les pièces plus ductiles lors de la mise en service. Le revenu entraîne normalement une diminution de la dureté et une augmentation de la ténacité. Cependant, certains éléments d'addition ont une forte tendance à former des carbures (Cr, Mo, W, V, par exemple), qui entraînent un durcissement structural et pallient la diminution de dureté de la martensite au cours du revenu (Baïlon *et al.*, 1986). Une étude récente sur l'effet du revenu des poudres autotrempantes de Domfer confirme également cette observation

(L'Espérance *et al.*, 1995). La température de revenu est donc critique et le choix de la température de 177°C (350°F) a été basé sur les résultats de cette étude. Les figures 7.7 a) à c) présentent les histogrammes obtenus à partir des différents mélanges pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 de la dureté apparente, de la ténacité et de la résistance à la traction. La figure 7.7 est une comparaison des résultats présentés aux figures 7.1 (échantillons autotrempés) et 7.2 (échantillons autotrempés et revenus) pour montrer l'effet du revenu. D'après ces résultats, nous remarquons une légère diminution de la dureté apparente (≅ 5 %) et une augmentation de la ténacité (≅ 10 %) et de la résistance à la traction (≅ 20 %) des échantillons ayant eu un revenu. Cependant, l'effet du revenu sur les valeurs d'énergie d'impact pour les mélanges de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C est loin d'être évident (voir tableaux 7.1 et 7.2, mélanges nos. 10 à 13). À titre d'exemple, les mélanges nos. 10 à 13 autotrempés ont des valeurs de ténacité de 23.3, 31.5, 30.8 et 39.6 Joules par rapport à 21.6, 31.5, 30.8 et 41.2 Joules pour les mélanges nos. 10 à 13 autotrempés et revenus. Ceci peut être expliqué du fait que la dureté de la martensite de ce mélange de poudres de MP52 avec 0.5 % C est nettement inférieure (≅ 500 HV) à la dureté de la martensite des mélanges avec 0.8 % C (≅ 900 HV) ce qui atténue l'effet du revenu de la martensite. Il pourrait donc être envisageable d'éliminer l'étape du revenu pour ce type de mélange étant donné sa faible utilité au niveau du gain de ténacité. Cependant, au niveau de la résistance à la traction, l'augmentation des propriétés est de l'ordre de 15 %. Les tableaux 7.1 (échantillons autotrempés) et 7.2 (échantillons autotrempés et revenus) peuvent à nouveau être utilisés pour montrer l'effet du revenu des autres mélanges.

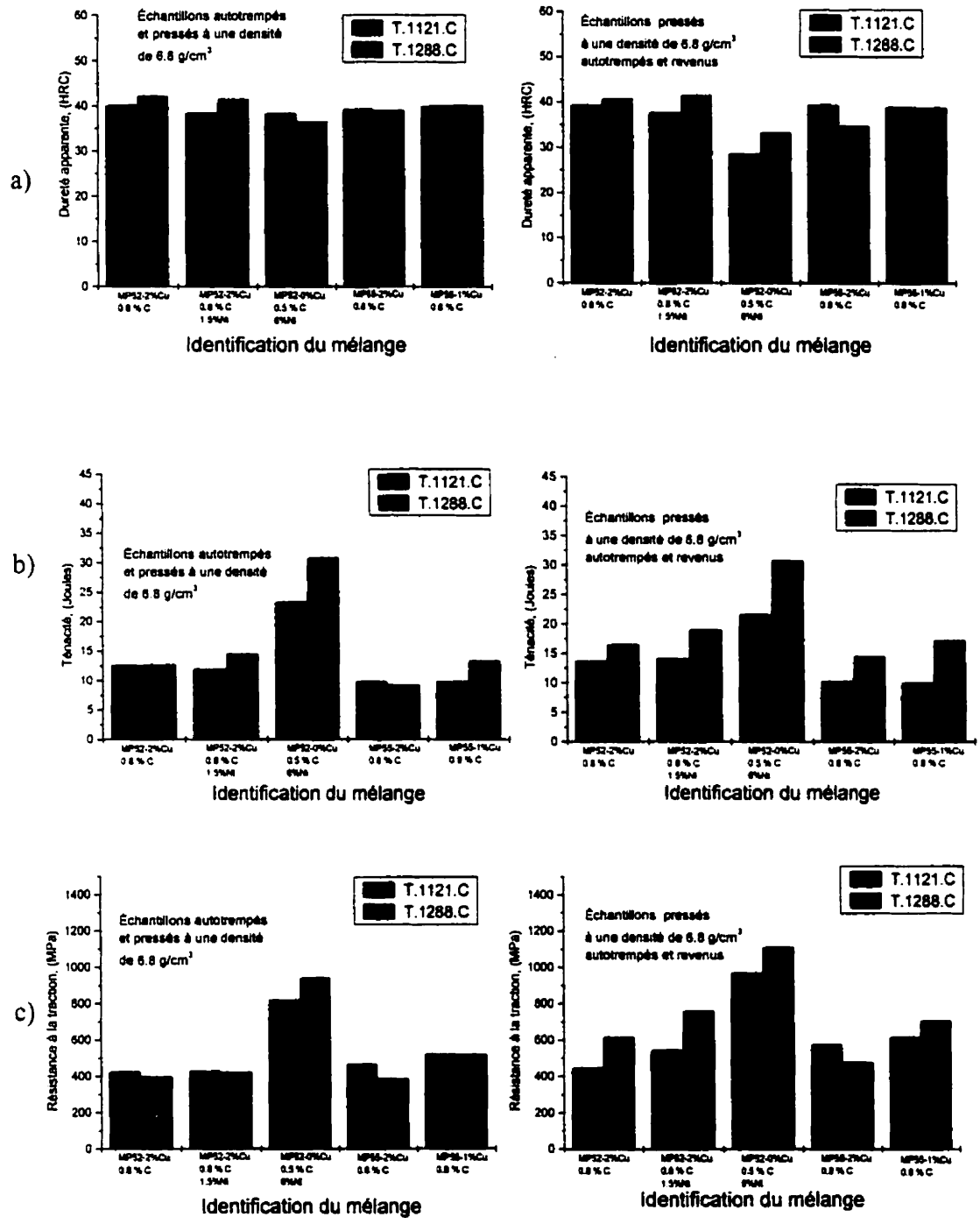


Figure 7.7 : Comparaison des résultats a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction des figures 7.1 (échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 autotrempés) et 7.2 (échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 autotrempés et revenus) pour montrer l'effet du revenu.

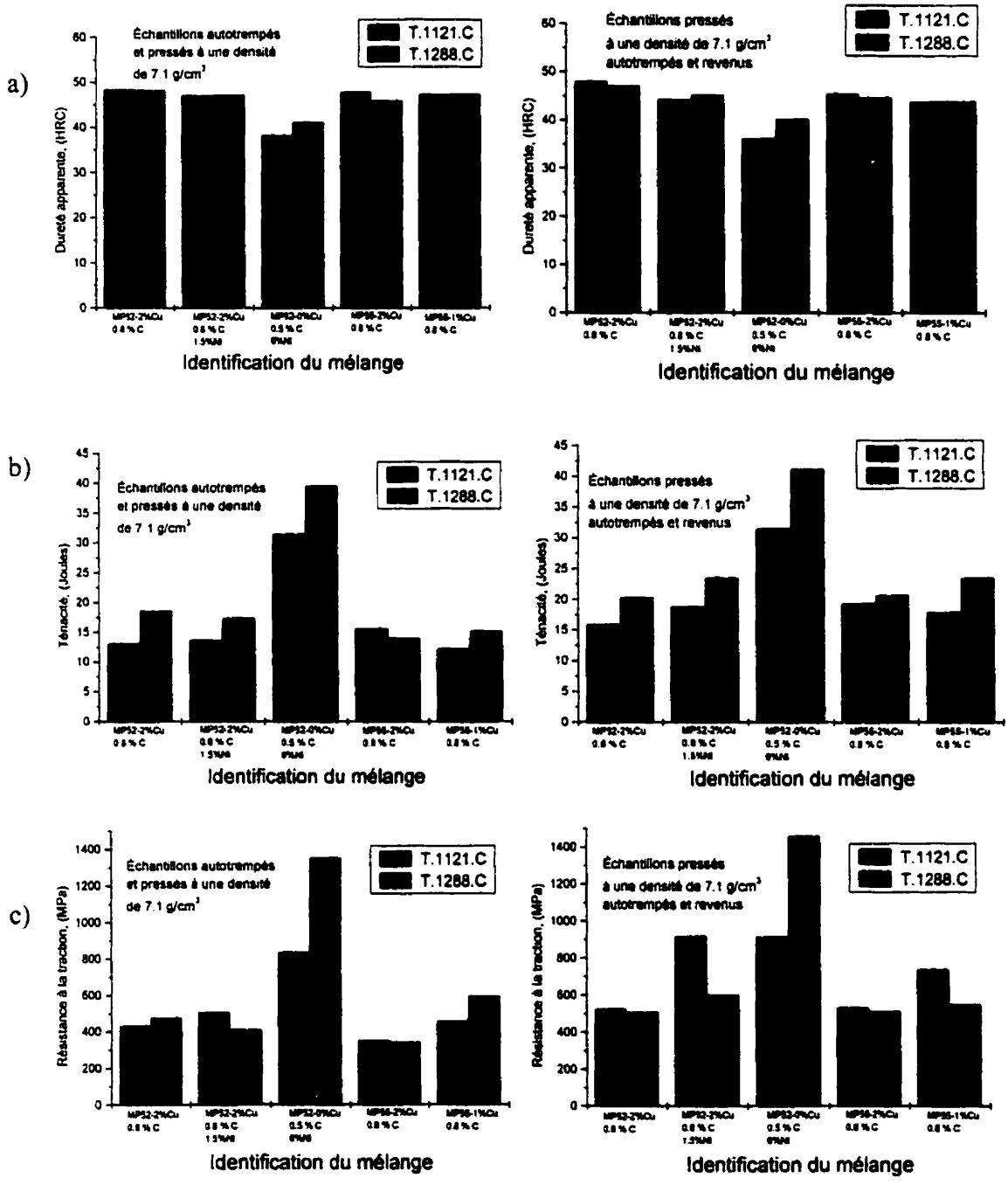


Figure 7.8 : Comparaison des résultats a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de résistance à la traction des figures 7.3 (échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 autotrempés) et 7.4 (échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 autotrempés et revenus) pour montrer l'effet du revenu.

L'effet du revenu peut également être démontré pour les mélanges pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 (voir figure 7.8). La figure 7.8 est une comparaison des résultats présentés aux figures 7.3 (échantillons autotrempés) et 7.4 (échantillons autotrempés et revenus) pour montrer l'effet du revenu.

7.5 Effet du cuivre

L'ajout de cuivre avant le pressage est réalisé afin d'obtenir des propriétés mécaniques supérieures. Une étude récente sur l'effet de la teneur en cuivre a démontré qu'un ajout de 1 % Cu augmentait dramatiquement les propriétés mécaniques et que des ajouts supérieurs à 1 % n'entraînaient pas ou très peu de changements (Baran *et al.*, 1999). La figure 7.9 présente les résultats de cette étude montrant l'effet du cuivre et du carbone sur la résistance à la rupture de la poudre 737SH. La figure 7.10 présente les histogrammes obtenus de la dureté apparente, de la ténacité et de la résistance à la traction pour la poudre MP55 avec 0, 1 et 2% Cu. Nous pouvons remarquer l'effet de la teneur en cuivre pour des échantillons autotrempés et pour des échantillons autotrempés et revenus. Les résultats indiquent que la teneur en cuivre influence très légèrement les valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction. Ces résultats sont surprenants et suggèrent que pour des raisons économiques, il serait préférable de ne pas ajouter de cuivre à la poudre de base MP55. Cependant, l'effet de la teneur en cuivre a seulement été analysé pour les mélanges de poudres MP55 avec une teneur en carbone de 0.8 % et

devrait donc être analysé pour une plus grande gamme de compositions. De plus, le cuivre est bénéfique pour la trempabilité (James, 1998).

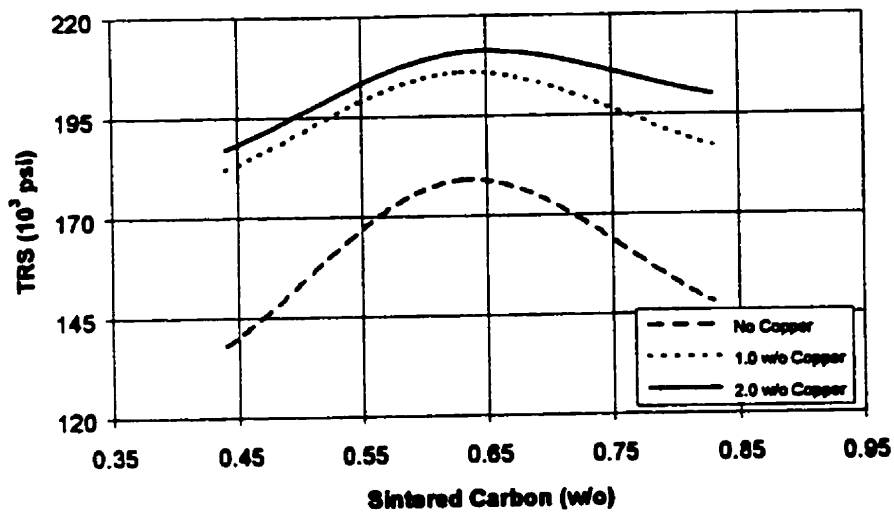
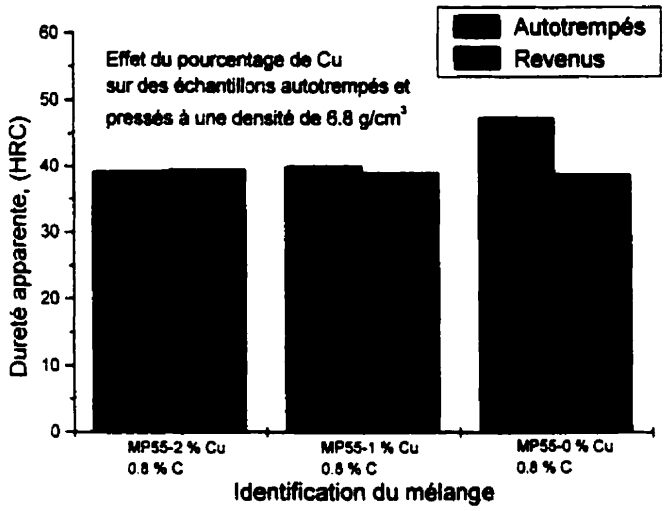
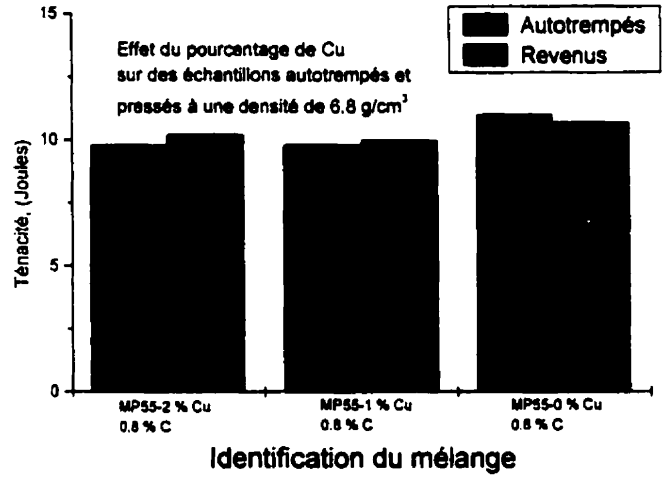


Figure 7.9 : Effet du cuivre et du carbone sur la résistance à la rupture de la poudre 737SH (Baran *et al.*, 1999).

a)



b)



c)

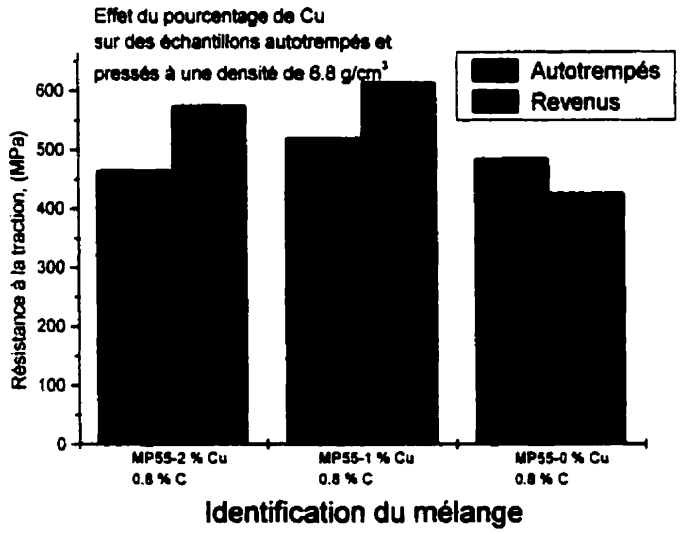
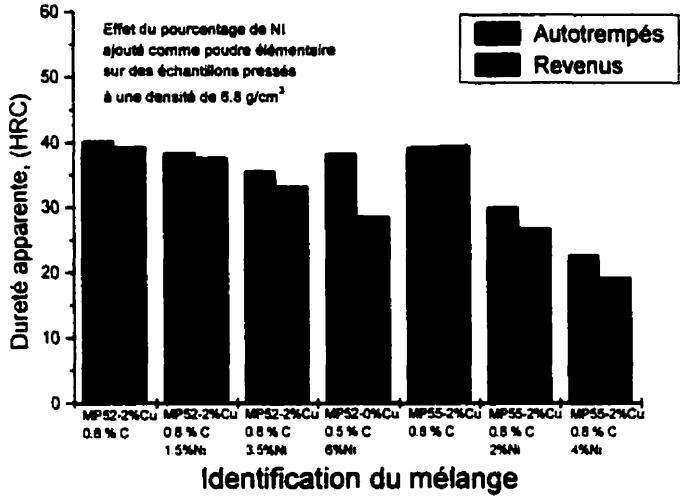


Figure 7.10 : Histogrammes a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de la résistance à la traction en fonction de la teneur en cuivre réalisés sur des mélanges de poudres de MP55 pressés à une densité de 6.8 g/cm^3.

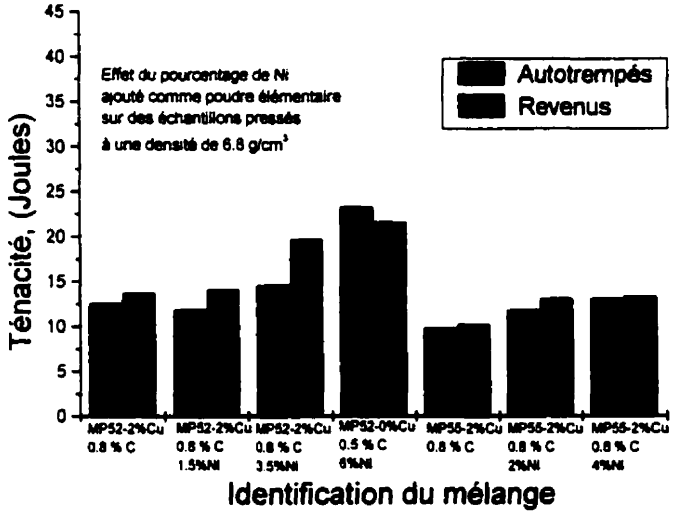
7.6 Effet du nickel

La figure 7.11 présente les histogrammes obtenus de la dureté apparente, de la ténacité et de la résistance à la traction pour les poudres MP52 et MP55 avec différentes teneurs en nickel ajouté. L'ajout de nickel est réalisé avant le pressage sous forme de poudre élémentaire afin d'augmenter la résistance à la traction et l'énergie d'impact. La teneur en poudre élémentaire de Ni ajoutée à la poudre MP52 est de 0, 1.5, 3.5 et 6 % tandis que celle de la poudre MP55 est de 0, 2 et 4 %. La poudre MP52 avant les ajouts contient 0.44 % de Ni pré-allié tandis que la poudre MP55 en contient 1.8 %. Le nickel ajouté sous forme de poudre élémentaire diffuse à haute température. La diffusion du nickel est cependant limitée et conduit à une microstructure hétérogène. La figure 7.12 a) présente une micrographie optique de la microstructure du mélange de poudres MP52 contenant 6 % Ni et 0.5 % C et la figure 7.12 b) montre celle du mélange de poudres MP55 avec 4 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C. Ces deux mélanges ont été pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 et frittés à une température de 1121°C (2050°F). Les îlots de nickel dans la matrice martensitique foncée apparaissent blancs après une attaque prononcée au Nital. Nous remarquons d'après ces micrographies que la figure 7.12 b) (mélange de poudres MP55 avec 4 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C) contient plus d'îlots de nickel que la figure 7.12 a) (mélange de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C), malgré le fait que la teneur en nickel est inférieure de 2 %. Ce mélange de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C ne contient pas de cuivre par rapport au mélange de MP55 qui contient 2 % Cu (en plus du 4 % Ni).

a)



b)



c)

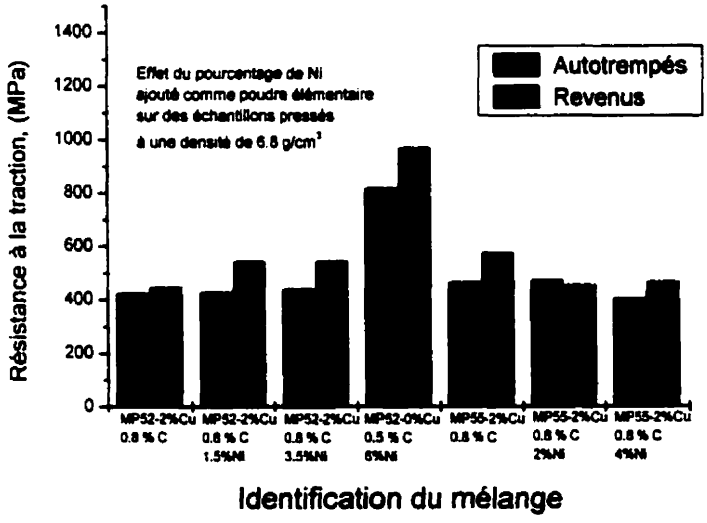
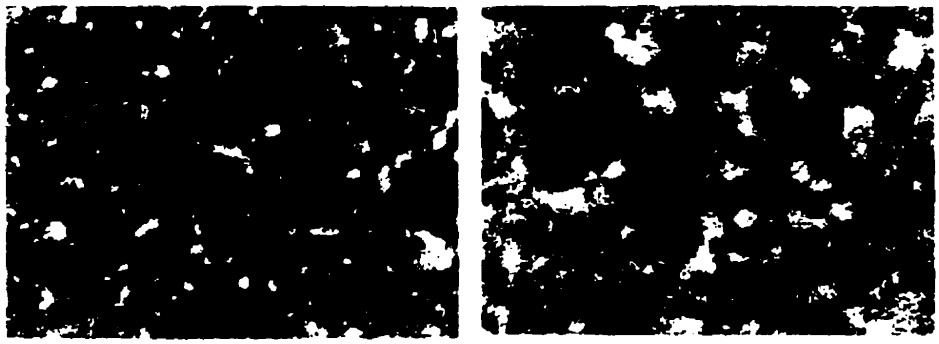


Figure 7.11 : Histogrammes a) de dureté apparente, b) de ténacité et c) de la résistance à la traction en fonction de la teneur en nickel réalisés sur des mélanges de poudres de MP52 et MP55 pressés à une densité de 6.8 g/cm^3.

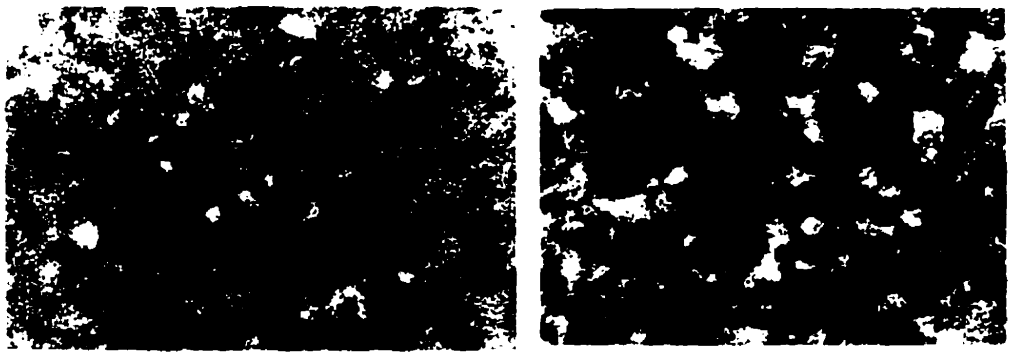
De plus, les poudres de base MP52 (0.44 % Ni) et MP55 (1.8 % Ni) ont une teneur en nickel pré-allié différente qui influence probablement le flux de diffusion du nickel dans la poudre d'acier lors du frittage. La figure 7.13 a) présente une micrographie optique de la microstructure du mélange de poudres MP52 contenant 3.5 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C et la figure 7.13 b) montre à nouveau celle du mélange de poudres MP55 avec 4 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C. Encore une fois, nous remarquons d'après ces micrographies que la figure 7.13 b) (mélange de poudres MP55 avec 4 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C) contient beaucoup plus d'îlots de nickel que la figure 7.13 a) (mélange de poudres MP52 avec 3.5 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C), malgré le fait que la teneur en nickel est seulement supérieure de 0.5 %. Cette observation vient confirmer l'hypothèse que la diffusion du nickel est limitée et une étude ultérieure traitera davantage ce sujet (Julien *et al.*, 2000). Nous remarquons d'après la figure 7.11 a) que la dureté apparente diminue en fonction de l'ajout de nickel et ce pour les deux poudres de base. Par exemple, la dureté apparente des mélanges de poudres MP52 autotrempés et revenus contenant 0, 1.5, 3.5 et 6 % Ni passe de 39 à 38 à 33 et à 29 HRC respectivement. Cette baisse de dureté est probablement associée aux îlots de nickel dans la matrice qui ont une dureté inférieure à la martensite. Les valeurs de ténacité et de résistance à la traction demeurent assez stables pour les mélanges avec de faibles ajouts de nickel. Par contre, une augmentation radicale des propriétés de ténacité et de résistance à la traction est observée pour les mélanges avec 6 % Ni et 0.5 % C. Par exemple, les valeurs de ténacité et de la résistance à la traction des mélanges de poudres MP52 avec 0, 1.5 % et 3.5 % Ni autotrempés sont $\cong$ 13.6 Joules et $\cong$ 430 MPa respectivement.



a) Mélange de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C

b) Mélange de poudres MP55 avec 4 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C

Figure 7.12 : Micrographies optiques de la microstructure de mélanges de poudres autotrempés et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 (100 X) (Julien *et al.*, 2000).



a) Mélange de poudres MP52 avec 3.5 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C

b) Mélange de poudres MP55 avec 4 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C

Figure 7.13 : Micrographies optiques de la microstructure de mélanges de poudres autotrempés et pressés à une densité de 6.8 g/cm^3 (100 X) (Julien *et al.*, 2000).

Ces valeurs grimpent jusqu'à ≅ 23.1 Joules et ≅ 820 MPa pour le mélange de poudres MP52 autotrempé avec 6 % Ni et 0.5 % C. Une augmentation similaire est observée pour les échantillons autotrempés et revenus. La microstructure hétérogène constituée d'îlots de particules de nickel (ductiles) dans une matrice martensitique (fragile) pourrait être

une raison de l'amélioration significative de ces propriétés mécaniques. Ces îlots de nickel ralentissent la propagation des fissures.

Par ailleurs, les mélanges de poudres MP52 avec 6 % Ni contiennent moins de carbone (0.5 % au lieu de 0.8 %) que les autres mélanges ce qui peut également contribuer à une augmentation de la ténacité et de la résistance à la traction et à la diminution de la dureté apparente. La dureté de la martensite passe de ≅ 900 HV (pour 0.8 % C) à ≅ 500 HV (pour 0.5 % C). Une étude de la surface de rupture des mélanges de poudres serait intéressante afin de vérifier certaines hypothèses. L'effet de l'ajout de nickel est nettement plus marqué lorsque les échantillons sont frittés à une température de 1288°C (2350°F) (voir tableaux 7.1 et 7.2).

Le tableau 7.4 montre les propriétés mécaniques obtenues dans ce travail pour des mélanges de poudres MP52 et MP55 pré-alliées contenant du nickel ajouté comme poudre élémentaire en comparaison avec les valeurs obtenues par certains chercheurs et des standards de MPIF. En comparant les mélanges de poudres MP52 (1.5% Ni) avec les poudres Ancorsteel 85 HP et 150 HP (2% Ni) pour des échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3, nous remarquons que la dureté apparente de la poudre MP52 (44.3 HRC) est nettement supérieure à celle des poudres Ancorsteel 85 HP et 150 HP (30 HRC). Cette différence significative de dureté apparente est probablement reliée à la teneur inférieure en carbone (0.5%) de ces deux poudres par rapport à celle de la poudre MP52 (0.8 %). La ténacité de la poudre MP52 est de 18.6 Joules par rapport à des valeurs de

13.6 et 14.9 Joules pour les poudres Ancorsteel 85 HP et 150 HP. Cependant, la résistance à la traction de ces deux poudres (≅ 1045 MPa) est supérieure à celle de la poudre MP52 (917 MPa). Il est surprenant de voir que les poudres Ancorsteel 85 HP et 150 HP affichent pratiquement les mêmes résultats de dureté apparente (30 HRC), d'énergie d'impact (13.6 vs 14.9 Joules) et de résistance à la traction (1048 vs 1041 MPa), malgré une teneur en molybdène pré-allié différente (0.85 % vs 1.5% respectivement). De plus, les propriétés de la poudre MP52 qui contient 0.68 % Mo et 0.44 % Ni pré-allié sont semblables à celle de la poudre MP55 qui contient 0.73 % Mo et 1.8 % Ni pré-allié. Une étude sur l'effet de l'ajout de Mo et Ni pré-alliés serait intéressante afin de connaître les teneurs optimales qui permettraient de maximiser les propriétés mécaniques. Une comparaison des propriétés mécaniques obtenues dans ce travail avec celles obtenues par certains chercheurs peut également être faite avec les mélanges de poudres contenant 4 % Ni (voir tableau 7.4).

Tableau 7.4 : Propriétés mécaniques obtenues dans ce travail pour des mélanges de poudres MP52 et MP55 pré-alliées contenant du nickel ajouté comme poudre élémentaire en comparaison avec les valeurs obtenues par certains chercheurs et des standards de MPIF.

Poudre et composition en élément de pré-alliage	Conditions et Additifs	Dureté apparente (HRC)	Résistance à la traction (MPa)	Ténacité, (Joules)
MP52 0.44% Mn, 0.44% Ni et 0.68% Mo	6.8 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu 1.5 % Ni $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	38	544	14.4
	7.1 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu 1.5 % Ni $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	44	917	18.8
	6.8 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu 3.5 % Ni $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	33	545	19.7
MP55 0.5% Mn, 1.8% Ni et 0.73% Mo	6.8 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu 2 % Ni $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	27	455	13.1
	6.8 g/cm^3 0.8 % C et 2 % Cu 4 % Ni $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	19	467	13.3
Ancorsteel 85HP 0.13 % Mn et 0.85 % Mo (Causton et Fulmer, 1992)	7.1 g/cm^3 0.5 % C 1 % Cu et 2 % Ni $T°_{revenu}$: 232°C (450°F)	30	1048	13.6
	7.1 g/cm^3 0.5 % C 1 % Cu et 4 % Ni $T°_{revenu}$: 232 °C (450°F)	29	952	14.9
Ancorsteel 150HP 0.13 % Mn et 1.5 % Mo (Causton et Fulmer, 1992)	7.1 g/cm^3 0.5 % C 1 % Cu et 2 % Ni $T°_{revenu}$: 232°C (450°F)	30	1041	14.9
	7.1 g/cm^3 0.5 % C 1 % Cu et 4 % Ni $T°_{revenu}$: 232°C (450°F)	30	924	16.3
FLC-4608 Standards de MPIF 1.6-2 % Ni, 0.39-1.1 % Mo (MPIF Standard 35, 1994)	6.8 g/cm^3 0.6-0.9 %C 1-3 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	26	552	9
	7.0 g/cm^3 0.6-0.9 %C 1-3 % Cu $T°_{revenu}$: 177°C (350°F)	31	690	12

7.7 CONCLUSION

Les faits saillants de ce chapitre portant sur l'effet des paramètres expérimentaux sur les propriétés mécaniques des pièces fabriquées par métallurgie des poudres peuvent être résumés ainsi :

- Les mélanges frittés à une température de 1288°C (2350°F) ont généralement des valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction supérieures à celles des mélanges frittés à une température de 1121°C (2050°F). La poudre MP52 avec 6 % nickel et 0.5 % C est celle qui montre une augmentation plus marquée de la valeur de la ténacité et de la résistance à la traction;

- Les propriétés mécaniques des échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 sont généralement supérieures à celles des échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3;

- Nous remarquons une légère diminution de la dureté apparente (≅ 5 %) et une augmentation de la ténacité (≅ 10 %) et de la résistance à la traction (≅ 20 %) des échantillons ayant eu un revenu. Cependant, l'effet du revenu sur les valeurs de ténacité pour les mélanges de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C est loin d'être évident. Il pourrait donc être envisageable d'éliminer l'étape du revenu pour ce type de mélange étant donné sa faible utilité au niveau du gain de ténacité.

Par contre, au niveau de la résistance à la traction, l'augmentation des propriétés est de l'ordre de 15 %;

- Les résultats indiquent que la teneur en cuivre influence très légèrement les valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction de la poudre MP55. Ces résultats sont surprenants et suggèrent que pour des raisons économiques, il serait préférable de ne pas ajouter de cuivre à la poudre de base MP55. Cependant, l'effet de la teneur en cuivre a seulement été analysé pour les mélanges de poudres MP55 avec une teneur en carbone de 0.8 % et devrait donc être analysé pour une plus grande gamme de compositions. De plus, le cuivre est bénéfique pour la trempabilité;

- Le mélange de poudres MP55 avec 4 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C contient plus d'îlots de nickel que le mélange de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C, malgré le fait que la teneur en nickel soit inférieure de 2 %. Les poudres de base MP52 (0.44 % Ni) et MP55 (1.8 % Ni) ont une teneur en nickel pré-allié différente qui influence probablement le flux de diffusion du nickel dans la poudre d'acier lors du frittage. Cependant, une étude ultérieure viendra confirmer cette hypothèse;

- La dureté apparente diminue en fonction de l'ajout de nickel et ce pour les deux poudres de base. Cette baisse de dureté est associée aux îlots de nickel dans la matrice qui ont une dureté inférieure à la martensite. Les valeurs de ténacité et de résistance à la traction demeurent assez stables pour les mélanges avec de faibles

ajouts de nickel. Par contre, une augmentation radicale des propriétés de ténacité et de résistance à la traction est observée pour les mélanges de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C;

- La microstructure hétérogène constituée d'îlots de particules de nickel (ductiles) dans une matrice martensitique (fragile) pourrait être une raison de l'amélioration significative des propriétés mécaniques des mélanges de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C. Ces îlots de nickel pourraient ralentir la propagation des fissures. Par ailleurs, ces mélanges de poudres contiennent moins de carbone (0.5 % au lieu de 0.8 %) que les autres mélanges ce qui peut également contribuer à une augmentation de la ténacité et de la résistance à la traction et à la diminution de la dureté apparente. Une étude de la surface de rupture des mélanges de poudres serait intéressante ainsi que la détermination des propriétés mécaniques d'un mélange de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.8 % C avec et sans Cu afin de vérifier certaines hypothèses;

- Les propriétés de la poudre MP52 qui contient 0.68 % Mo et 0.44 % Ni pré-allié sont semblables à celle de la poudre MP55 qui contient 0.73 % Mo et 1.8 % Ni pré-allié. Une étude sur l'effet de l'ajout de Mo et Ni pré-alliés serait intéressante afin de connaître les teneurs optimales qui permettraient de maximiser les propriétés mécaniques.

L'élaboration d'une technique de caractérisation quantitative de l'autotrempabilité de pièces frittées a été réalisée. Cette technique développée en laboratoire utilise des thermocouples insérés dans un échantillon permettant de mesurer les taux de refroidissement internes de l'échantillon. La dureté apparente et la microstructure sont ensuite caractérisées dans les mêmes régions où la vitesse de refroidissement fut mesurée pour ainsi permettre la construction de diagrammes de mise en œuvre dureté apparente-taux de refroidissement-microstructure. Cette technique a été réalisée sur des pièces frittées produites à partir des poudres autotrempantes MP52, MP55 et MP56 de Domfer pressées à trois niveaux de densité. L'utilisation de ces poudres commerciales de niveaux de trempabilité différents a également permis d'évaluer l'effet des éléments d'addition sur l'autotrempabilité. Ces diagrammes de mise en œuvre permettent de déterminer le taux de refroidissement optimal pour atteindre le plein potentiel de durcissement et peuvent être utilisés par les fabricants de pièces autotrempantes pour optimiser les paramètres du frittage et spécifier le type de mélanges de poudres nécessaire pour parvenir à la microstructure et aux propriétés de pièces désirées. Les résultats obtenus démontrent que des taux de refroidissement supérieurs à 35°C/min dans l'intervalle de température compris entre 550°C à 350°C (1022°F à 662°F) permettent d'atteindre le plein potentiel de durcissement des poudres MP55 et MP56.

L'effet de la densité sur l'autotrempabilité peut également être évalué à partir de cette technique en mesurant le taux de refroidissement externe des échantillons avec un thermocouple attaché à l'extérieur de ceux-ci. La comparaison des taux de refroidissement internes (des échantillons pressés à trois niveaux de densité) et externes (de l'atmosphère du four) permet alors de déterminer l'effet de la densité. Les résultats obtenus démontrent que les échantillons de basses densités ont une dureté et une proportion de martensite inférieures et donc une faible autotrempabilité.

La méthodologie développée en laboratoire pour caractériser l'autotrempabilité a ensuite été validée dans un contexte industriel dans des fours de frittage de production en plus de l'effet de la masse des pièces. Les résultats ont permis de montrer qu'une augmentation de la masse était similaire à une diminution de la densité des pièces qui se traduit par une diminution du taux de refroidissement au centre de la pièce éventuellement sous la valeur du taux de refroidissement optimal requis pour atteindre le plein potentiel de durcissement. Une poudre d'un niveau de trempabilité supérieur devrait être utilisée afin de maintenir le plein potentiel de durcissement de la pièce. Les fours de frittage industriels équipés d'un système de refroidissement rapide atteignant des taux de refroidissement de 30°C/min permettent d'atteindre une dureté apparente de 35 HRC pour des pièces ayant une masse allant jusqu'à 1700 g pressées à une densité de 6.8 g/cm^3 fabriquées à partir de la poudre MP55 avec 2 % Cu et 0.8 % C. Une approche industrielle a également été développée afin de caractériser l'autotrempabilité de mélanges de poudres à partir d'échantillons de géométrie simple (kit de trempabilité)

pressés à une densité donnée. Cette approche permet d'évaluer la vitesse de refroidissement des fours de frittage des fabricants de pièces à partir des diagrammes de mise en œuvre.

Une expression mathématique reliant la dureté apparente des pièces autotrempantes au taux de refroidissement, à la densité et au pourcentage de carbone pour la poudre autotrempante MP55 a été développée à partir de l'analyse des diagrammes de mise en œuvre (dureté apparente-taux de refroidissement-microstructure). Cette expression sera utile afin de déterminer le taux de refroidissement nécessaire pour atteindre une dureté apparente donnée en plus de prédire l'effet de la densité et du pourcentage de carbone sur la dureté apparente de la pièce. Les résultats générés peuvent servir à optimiser le procédé de frittage et la sélection d'un mélange de poudre afin d'atteindre le plein potentiel des poudres autotrempantes. Cette méthodologie peut également être utile lors la conception initiale de pièces autotrempantes en diminuant le nombre d'essais pour obtenir une dureté apparente donnée et par conséquent le coût associé à ces essais.

Une procédure automatique de caractérisation de la microstructure des pièces autotrempantes combinant l'analyse d'images et la prise de microduretés a été développée. Cette technique est basée sur une discrimination initiale de la martensite versus les îlots foncés de bainite et de perlite suivi d'une prise automatique de microdureté de ces îlots afin de distinguer la bainite de la perlite.

Cette technique de caractérisation complète de la microstructure sera utile pour les fabricants de pièces autotrempantes. La connaissance des paramètres stéréologiques de la microstructure entraînera une meilleure compréhension des propriétés mécaniques éventuelles de la pièce en service. De plus, une procédure de caractérisation complète de la chimie et des paramètres stéréologiques de tous les microconstituents des pièces autotrempantes a été développée. Cette procédure combine l'analyse en sélection d'énergie des rayons-X par microscopie électronique à balayage pour la chimie et l'analyse d'images pour la détermination des paramètres stéréologiques.

L'effet des paramètres expérimentaux (température de frittage, densité, l'ajout de nickel et de cuivre et le revenu) sur les propriétés mécaniques (dureté, ténacité et la résistance à la traction) des pièces autotrempantes fabriquées par métallurgie des poudres a finalement été évalué. Les mélanges frittés à une température de 1288°C (2350°F) ont généralement des valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction supérieures à celles des mélanges frittés à une température de 1121°C (2050°F). Les propriétés mécaniques des échantillons pressés à une densité de 7.1 g/cm^3 sont généralement supérieures à celles des échantillons pressés à une densité de 6.8 g/cm^3.

Nous remarquons une légère diminution de la dureté apparente ($\cong$ 5 %) et une augmentation de la ténacité ($\cong$ 10 %) et de la résistance à la traction ($\cong$ 20 %) des échantillons ayant eu un revenu. Cependant, l'effet du revenu sur les valeurs de ténacité pour les mélanges de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C est loin d'être évident. Il

pourrait donc être envisageable d'éliminer l'étape du revenu pour ce type de mélange étant donné sa faible utilité au niveau du gain de ténacité. Par contre, au niveau de la résistance à la traction, l'augmentation des propriétés est de l'ordre de 15 %.

La teneur en cuivre influence très légèrement les valeurs de dureté apparente, de ténacité et de résistance à la traction de la poudre MP55. Ces résultats sont surprenants et suggèrent que pour des raisons économiques, il serait préférable de ne pas ajouter de cuivre à la poudre de base MP55. Cependant, l'effet de la teneur en cuivre a seulement été analysé pour les mélanges de poudres MP55 avec une teneur en carbone de 0.8 % et devrait donc être analysé pour une plus grande gamme de compositions.

Le mélange de poudres MP55 avec 4 % Ni, 2 % Cu et 0.8 % C contient plus d'îlots de nickel que le mélange de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C, malgré le fait que la teneur en nickel soit inférieure de 2 %. Les poudres de base MP52 (0.44 % Ni) et MP55 (1.8 % Ni) ont une teneur en nickel pré-allié différente qui influence probablement le flux de diffusion du nickel dans la poudre d'acier lors du frittage.

La dureté apparente des poudres MP52 et MP55 diminue en fonction de l'ajout de nickel. Cette baisse de dureté est associée aux îlots de nickel dans la matrice qui ont une dureté inférieure à la martensite. Les valeurs de ténacité et de résistance à la traction demeurent assez stables pour les mélanges avec de faibles ajouts de nickel. Par contre, une augmentation radicale des propriétés de ténacité et de résistance à la traction est observée

pour les mélanges de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.5 % C. Une étude de la surface de rupture des mélanges de poudres serait intéressante ainsi que la détermination des propriétés mécaniques d'un mélange de poudres MP52 avec 6 % Ni et 0.8 % C avec et sans Cu afin de vérifier certaines hypothèses.

AUSTIN, C.R., PRATER, T.A. et VAN NOTE, W.G. (1943). , Trans. ASM, 31, p.517.

American Society for Metals. (1984). Metals Handbook, 9ème éd., vol. 7, Powder Metallurgy, Metals Park (Ohio) 44073, p. 90.

ASTM A255-89. (1989). Standard Method for End-Quench Test for Hardenability of Steel, American Society for Testing and Materials, PA, Philadelphia.

ASTM E562-95. (1995). Standard Test for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count, American Society for Testing and Materials, PA, Philadelphia, vol. 3.01, pp.507-512.

BAÏLON, J.P., DORLOT, J-M. et MASOUNAVE, J. (1986). Des Matériaux, Éditions de l'École Polytechnique de Montréal, 2ème édition revue et augmentée, Montréal.

BAIN, E.C. (1924). Trans. AIME, 70 : 25.

BARAN, M.C., DAVALA, A.B., GRAHAM, A.H., CAUSTON, R.J. et SCHADE, C. (1999). A Superior Sinter-Hardenable Material, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, N.J., To be published.

BLONDEAU, R., DOLLET, J., MAYNIER, P. et VIEILLARD-BARON, B. (1976). Heat treatment' 76, The Metals Society, p. 189.

CAUSTON, R.J. et FULMER, J.J. (1992). Sinter Hardening Low-Alloy Steels, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, N.J.

CHAGNON, F. et TRUDEL, Y. (1997). Effect of Sintering Parameters on Mechanical Properties of Sinter Hardened Materials, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 3 pp. 14-97 à 14-106.

CHAGNON, F. et TRUDEL, Y. (1998). Effect of Density on Mechanical Properties of Sinter Hardened P/M Materials, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 3 pp.12-119 à 12-125.

CRAFTS, W. et LAMONT, J.L. (1944). , Trans. AIMME, 158, p.157.

DAVALA, A.B., GRAHAM, A.H. et CAUSTON, R.J. (1997). Effect of Process Conditions upon Sinter-Hardening Response of FLC-4608 Materials, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, N.J., vol. 2, p. 81.

GERMAN, R.M. (1994). Powder Metallurgy Science, Second Edition, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, p.283.

GROSSMANN, M.A., (1942). Hardenability Calculated from Chemical Composition, Trans. AIME, vol. 150, p. 227.

JAMES, W.B. (1998). What is Sinter-Hardening ?, Proceed in the Special Interest Program of the 1998 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

JATCZAK, C.F. (1971). Determining Hardenability from Composition, Metal Progress, 9, p. 60.

JULIEN, B., L'ESPÉRANCE, G. et DUCHESNE, E. (2000). Influence of Nickel Additions, Sintering Temperature and Microstructure on the Mechanical Properties of Prealloyed Mn-Ni-Mo Steel Powders, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, N.J., To be published.

JUST, E. (1969). New Formulas for Calculating Hardenability Curves, Metal Progress, no. 11, p.87.

KRAMER, I.R., SIEGEL, S. et BROOKS, J.G. (1946). , Trans. AIMME, 167, p.670.

L'ESPÉRANCE, G., MARTEL, S., DE REGE, A., KIEFER, B. et CHEN, Y.T. (1995). Evaluation of the Effect of Tempering on Microstructure and Properties of three widely used Sinter Hardening Alloys, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, N.J., vol. 8, pp. 39-54.

MOSER, A. et LEGAT, A. (1969). , Harterei Technik MiH, 24, no. 2, p. 100.

MPIF Standard 10. (1998). Preparing and Evaluating Tensile Specimens of Powder Metallurgy Materials, Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

MPIF Standards 35. (1994). Materials Standards for P/M Structural Parts, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

MPIF Standard 40. (1998). Determination of Impact Energy of Unnotched Powder Metallurgy Test Specimens, Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

MPIF Standard 42. (1998). Determination of Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy Product, Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

NIGARURA, S., L'ESPÉRANCE, G., ROY, L., DE REGE, A. et PEASE, L. (1992). The Influence of Mo, Ni and Mn on the Air Hardening Ability of Low-Prealloyed Powder Grades, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 4 pp.1-12.

PARKER, T.A., LAWLEY, A et CAUSTON, R.J. (1994). Determination of the Hardenability of Fully Dense and Porous Steels, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, N.J., vol. 2, pp. 27-50.

PORTER, D.A. et EASTERLING, K.E. (1992). Phase Transformations in Metals and Alloys, Chapman & Hall, Second Edition, p. 393.

RUTZ, H.G., DAVALA, A.B. et GRAHAM, A.H. (1997). Sinter-Hardening P/M Steels, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, N.J., vol. 1, pp. 8-3 à 8-20.

SKENA, C. (1997). Hardenability Characteristics of P/M Alloy Steels, The International Journal of Powder Metallurgy, vol. 33, no. 7, pp.25-35.

VAN DER VOORT, G.F. (1991). Atlas of Time-Temperature Diagrams for Irons and Steels, ASM International.