



**HAL**  
open science

# Étude et compréhension des mécanismes d'endommagement de surface de matrices de forgeage à chaud rechargées

Elodie Cabrol

► **To cite this version:**

Elodie Cabrol. Étude et compréhension des mécanismes d'endommagement de surface de matrices de forgeage à chaud rechargées. Matériaux. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2015. Français. NNT : 2015EMAC0012 . tel-03297785

**HAL Id: tel-03297785**

**<https://theses.hal.science/tel-03297785>**

Submitted on 23 Jul 2021

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

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

Université Fédérale



Toulouse Midi-Pyrénées

# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux conjointement avec l'INP Toulouse

---

**Présentée et soutenue par :**

Elodie CABROL

le vendredi 11 décembre 2015

**Titre :**

Étude et compréhension des mécanismes d'endommagement de surface de matrices de forgeage à chaud rechargées.

---

**École doctorale et discipline ou spécialité :**

ED MEGeP : Génie mécanique, mécanique des matériaux

**Unité de recherche :**

Institut Clément Ader – Mines Albi-Carmaux, UMR CNRS 5312

**Membres du jury :**

Ludovic THILLY	Professeur – Université de Poitiers	Rapporteur
Yannick DESPLANQUES	Professeur – École Centrale Lille	Rapporteur
Laurence FOUILLAND-PAILLÉ	Maître de conférences – ENSAM, Châlons-en-Champagne	Examinatrice
Karl DELBÉ	Maître de conférences – ENIT, Tarbes	Examineur
Pierre MONTMITONNET	Directeur de recherche – CEMEF, Sophia Antipolis	Président
Fabienne TOURATIER	Docteur-ingénieur – Aubert et Duval, Pamiers	Invitée
Vanessa VIDAL	Maître-assistante – Mines Albi-Carmaux	Co-directrice
Christine BOHER	Maître-assistante – Mines Albi-Carmaux	Co-directrice
Farhad REZAÏ-ARIA	Professeur – Mines Albi-Carmaux	Directeur





# Remerciements

Je remercie infiniment mes encadrants de thèse, Christine Boher, Vanessa Vidal et Farhad Rezaï-Aria. Merci d'avoir partagé vos connaissances et compétences scientifiques et techniques ; merci pour vos conseils pertinents, votre encadrement régulier et votre disponibilité ; merci pour votre confiance et votre soutien. Vous m'avez beaucoup appris et j'ai énormément apprécié l'équipe que nous formions.

J'ai eu l'opportunité de réaliser ce travail dans le cadre d'un contrat CIFRE avec Aubert et Duval et je tiens à vivement remercier Fabienne Touratier, mon encadrante industrielle. Merci pour ton écoute, ta disponibilité et pour l'intérêt que tu as porté à mon travail.

Merci à Thierry Cutard, Directeur de l'Institut Clément Ader d'Albi, de m'avoir accueillie au sein du laboratoire pour effectuer ma thèse.

Merci à l'ensemble des techniciens pour votre contribution dans ce travail. Merci Serge Tovar pour ton œil de métallurgiste averti et ta dextérité pour les réglages du MEB ; merci Philippe Égéa pour tes conseils dans les démarches d'expertises et d'analyses métallurgiques ; merci Jean-Michel Mouys pour tes compétences avec le logiciel Labview et pour avoir dompté notre cher tribomètre ; merci Thomas Papaïx pour ton implication dans les essais mécaniques ; merci Alain Rey pour ton implication dans les essais de mise en forme sur presse semi-industrielle ; merci à Karim Choquet pour la DRX ; merci Vincent Lucin pour les découpes des pièces volumineuses et ta contribution à l'installation du chauffage par induction ; merci Mehdi Salem pour ton implication et ton accompagnement pour les essais tribologiques en températures par induction.

Merci à Esther Ramirez et Cathy Maffre pour votre investissement dans les démarches administratives.

Merci à Yifan Zhou pour m'avoir secondée pour les essais tribologiques dans le cadre de ton stage ingénieur.

Je tiens également à remercier les membres du projet ROOF. J'ai beaucoup appris grâce à vous et il a toujours été très agréable de travailler et d'échanger ensemble.

Merci à l'ensemble des membres du jury pour l'honneur que vous m'avez fait d'accepter de rapporter et de discuter de ce travail, pour le temps que vous m'avez accordé et pour l'intérêt que vous avez porté à mon travail.

Merci Christine Boher pour avoir partagé ton bureau avec moi pendant ces années. J'ai beaucoup apprécié notre cohabitation doctorant/encadrant, beaucoup appris sur le quotidien d'un enseignant-chercheur et je dirai que tu as été pour moi plus qu'une co-directrice de thèse.

Merci à l'ensemble des membres du laboratoire, chacun d'entre vous a contribué au fait que je me sente bien au sein du laboratoire.

Enfin, merci à ma famille et amis pour votre présence et votre soutien. Tout particulièrement, un grand merci à mes parents et à ma sœur, pour m'avoir toujours encouragée dans mes choix, pour avoir tout fait pour que je sois dans les meilleures conditions et avoir toujours veillé à ce que j'aie bien.



# Table des matières

<b>Introduction .....</b>	<b>7</b>
<b>Chapitre 1 .....</b>	<b>11</b>
<b>État de l'art .....</b>	<b>11</b>
I. Dégradations des outillages de forgeage à chaud .....	11
1. Usure abrasive.....	12
2. Fatigue mécanique.....	13
3. Fatigue thermique.....	14
4. Déformation plastique .....	15
5. Conclusion .....	16
II. Rechargement par soudage.....	16
1. Définition des procédés de rechargement .....	17
1. 1. Procédé MIG .....	17
1. 2. Procédé PTA .....	18
1. 3. Procédé LASER.....	18
1. 4. Comparaison des procédés MIG, PTA et LASER .....	19
2. Phénomène de dilution.....	19
2. 1. Taux de dilution macroscopique .....	20
2. 2. Taux de dilution volumique.....	20
3. Zone affectée thermiquement (ZAT) .....	21
III. Matériaux de rechargement base cobalt.....	22
1. Composition chimique .....	22
2. Microstructure.....	23
2. 1. Matrice dendritique .....	25
2. 2. Précipités .....	26
a. Carbures primaires.....	27
b. Carbures secondaires .....	27
3. Influence du procédé de rechargement.....	28
3. 1. Taille de microstructure.....	28
3. 2. Teneur en fer .....	30
4. Structure cristallographique .....	32
4. 1. Deux formes allotropiques.....	32
4. 2. Mécanisme de transformation allotropique.....	33
5. Notion d'énergie de défaut d'empilement.....	35
6. Influence des éléments d'addition sur la transformation allotropique du cobalt .....	35
7. Conclusion .....	36
IV. Mécanismes de déformation plastique .....	36
1. Glissement des dislocations.....	38
1. 1. Systèmes de glissement.....	39
1. 2. Activation du glissement : facteur de Schmid et contrainte critique de cisaillement résolue .....	41
1. 3. Influence de l'énergie de défaut d'empilement.....	41
2. Maillage .....	42
3. Déformation plastique et transformation de phase .....	43
4. Mécanisme de transformation de phase CFC en HC via les défauts d'empilement .....	44

5. Conclusion .....	46
V. Comportement tribologique des rechargements .....	46
1. Écrouissage .....	50
1. 1. Augmentation de dureté dans les rechargements Stellite .....	50
1. 2. Influence de la teneur en fer dans le rechargement .....	52
2. Transformation de phase.....	53
2. 1. Influence de la teneur en fer dans le rechargement .....	54
2. 2. Influence de la température .....	55
3. Résistance à l'usure abrasive .....	57
3. 1. Influence de la teneur en fer.....	57
3. 2. Influence de la température .....	58
4. Coefficient de frottement.....	59
5. Conclusion .....	60
VI. Conclusion .....	61
<b>Chapitre 2 .....</b>	<b>63</b>
<b>Matériaux et démarche expérimentale .....</b>	<b>63</b>
I. Matériaux .....	63
II. Moyens d'essai et méthodologie .....	65
1. Essais mécaniques .....	65
1. 1. Essais de traction .....	65
a. Moyen d'essai .....	65
b. Éprouvettes et prélèvement.....	66
c. Procédure d'essai.....	66
d. Paramètres d'essais.....	67
1. 2. Essais de flexion 4 points.....	68
a. Moyen d'essai .....	68
b. Éprouvettes et prélèvement.....	69
c. Procédure d'essai.....	69
d. Paramètres d'essais.....	69
2. Essais semi-industriels .....	70
2. 1. Essais de type poinçon.....	71
2. 2. Essais de type mini-matrice.....	71
3. Essais tribologiques .....	72
3. 1. Tribomètre fortes charges anneau sur disque .....	72
a. Conception et développement du tribomètre.....	72
b. Principe de fonctionnement .....	73
c. Détermination du coefficient de frottement .....	75
3. 2. Échantillons .....	76
a. Anneaux .....	76
b. Disques.....	77
3. 3. Définition des paramètres d'essais .....	77
4. Récapitulatif des essais en fonction des couples matériau / procédé de rechargement... 78	
III. Moyens de caractérisation .....	78
1. Caractérisation de l'usure / Topographie de surface .....	78
2. Caractérisation microstructurale.....	79
2. 1. Préparation de surface.....	80

2. 2. Observations par microscopie optique.....	80
2. 3. Observations par microscopie électronique à balayage .....	80
a. Microanalyse (détecteur EDS) .....	81
b. Imagerie conventionnelle (détecteurs SE et BSE) .....	82
c. Transmission (détecteur STEM) .....	82
3. Caractérisation de la structure cristallographique.....	84
3. 1. Diffraction de rayons X (DRX) .....	84
a. Identification des phases cristallines.....	85
b. Quantification par la méthode de Rietveld.....	87
c. Étude de l'orientation cristallographique .....	88
3. 2. Electron Backscatter Diffraction (EBSD) .....	90
a. Principe.....	90
b. Préparation des échantillons .....	91
4. Conclusion.....	91
<b>Chapitre 3.....</b>	<b>93</b>
<b>Caractérisation métallurgique et mécanique des matériaux de</b>	
<b>rechargement de l'étude.....</b>	<b>93</b>
I. Caractérisation de l'état industriel : matrices de forgeage à chaud de pièces aéronautiques rechargées en Stellite 21 par procédé MIG .....	93
1. Caractérisation d'une matrice à l'état initial .....	94
1. 1. Zones de prélèvement.....	94
1. 2. Observations macroscopiques .....	95
1. 3. Composition chimique : dilution importante du substrat dans le rechargement.....	95
1. 4. Observations microstructurales.....	97
a. Rechargement .....	97
b. Interface rechargement/substrat .....	98
c. Substrat .....	100
1. 5. Mesures de dureté .....	100
a. Rechargement .....	100
b. Substrat.....	101
1. 6. Conclusion .....	102
2. Caractérisation de l'endommagement de matrices en service.....	102
2. 1. Matrice supérieure de mise en forme de disques (N°1) .....	105
a. Observations macroscopiques.....	105
b. Mesures de dureté .....	105
c. Observations microscopiques .....	106
d. Conclusion .....	108
2. 2. Matrice inférieure de mise en forme de pyramides (N°2) .....	108
a. Observations macroscopiques.....	108
b. Mesures de dureté .....	109
c. Observations microscopiques .....	111
d. Conclusion .....	115
2. 3. Matrice supérieure de mise en forme de pyramides (N°3) .....	116
a. Observations macroscopiques.....	116
b. Mesures de microdureté .....	117
c. Observations microscopiques.....	117

d.	Conclusion .....	118
2. 4.	Matrice inférieure de mise en forme de ferrures (N°4) .....	119
a.	Observations macroscopiques .....	119
b.	Caractérisation d'une zone en sur-épaisseur (M1-E2 et M2-E1) .....	120
c.	Caractérisation d'une zone en sur-épaisseur dans la partie centrale (M2-E2) ....	123
d.	Caractérisation d'une zone en sous-épaisseur (M1-E1).....	124
e.	Conclusion de l'expertise de la matrice de mise en forme de ferrures .....	125
2. 5.	Conclusion des expertises de matrices industrielles endommagées.....	125
II.	Étude du comportement mécanique des matériaux de rechargement de l'étude.....	126
1.	Comportement en traction simple : propriétés rhéologiques .....	126
1. 1.	Influence de la direction de sollicitation par rapport à la direction de rechargement .....	126
1. 2.	Influence de la vitesse de sollicitation .....	128
1. 3.	Propriétés des rechargements et influence de la température.....	129
a.	Coefficient de dilatation thermique .....	129
b.	Module d'Young .....	131
c.	Limite d'élasticité.....	132
d.	Allongement à la rupture .....	133
e.	Observation des faciès de rupture .....	134
1. 4.	Structure cristallographique .....	135
1. 5.	Conclusion .....	136
2.	Comportement en flexion 4 points : adhérence.....	136
2. 1.	Courbes de flexion .....	137
2. 2.	Influence de la température sur la dureté de la ZAT .....	138
2. 3.	Observations macroscopiques et microscopiques de l'éprouvette fissurée .....	138
2. 4.	Conclusion .....	140
3.	Conclusion .....	140
	<b>Chapitre 4.....</b>	<b>141</b>
	<b>Comportement à l'endommagement sous sollicitations tribologiques des matériaux de rechargement de l'étude .....</b>	<b>141</b>
I.	Comportement sur presse semi-industrielle .....	141
1.	Essais de type poinçon.....	141
1. 1.	Variations dimensionnelles .....	141
1. 2.	Observations macroscopiques .....	142
1. 3.	Filiations de microdureté dans le rayon des poinçons .....	143
a.	Poinçon en AD820 nu après mise en forme de trois lopins .....	143
b.	Poinçon en AD820 rechargé 3 mm en ST21-MIG après mise en forme de cinq lopins .....	144
c.	Poinçon en AD820 rechargé 6 mm en ST21-MIG après mise en forme de cinq lopins .....	145
1. 4.	Mesures de dureté en pied de poinçon.....	145
1. 5.	Conclusion .....	146
2.	Essais de type mini-matrice.....	147
2. 1.	Observations macroscopiques .....	147
2. 2.	Filiations de microdureté dans le rayon de fuite de bavure des mini-matrices .....	148
a.	Mini-matrice en AD820 nue .....	149

b. Mini-matrices en AD820 rechargées .....	149
2. 3. Observations de surface .....	150
2. 4. Analyse de phases .....	151
2. 5. Évolution de la température au cours des opérations de matriçage.....	152
2. 6. Conclusion .....	153
II. Comportement sur tribomètre de laboratoire.....	154
1. État initial des rechargements.....	154
1. 1. Énergie de soudage pour la mise en œuvre des rechargements .....	154
1. 2. Composition chimique .....	155
1. 3. Microstructure .....	156
1. 4. Dureté.....	159
1. 5. Structure cristallographique et orientation préférentielle.....	160
a. Analyse de phases .....	160
b. Orientation préférentielle.....	161
1. 6. Conclusion .....	164
2. Caractérisations après essais tribologiques.....	165
2. 1. Évolution du coefficient de frottement.....	165
2. 2. Évolution de la température au cours des essais tribologiques .....	168
2. 3. État de surface et volume d'usure.....	170
2. 4. Observations en coupe.....	174
2. 5. Évolution de dureté et épaisseur affectée .....	177
2. 6. Analyse de phases et orientation préférentielle.....	182
a. Analyse de phases .....	182
b. Orientation des grains .....	184
III. Discussion.....	193
1. Éléments d'alliage dans les rechargements et transformation de phase CFC en HC .....	193
1. 1. Éléments d'alliage et EDE .....	194
1. 2. Éléments d'alliage et température de transformation de phase CFC/HC.....	194
2. Évolution du coefficient de frottement et transformation de phase CFC en HC.....	196
2. 1. Coefficient de frottement et phases en présence .....	198
2. 2. Coefficient de frottement, température d'essai et phases en fin d'essai.....	199
2. 3. Coefficient de frottement et orientation cristallographique en surface.....	200
3. Évolution de dureté et déformation plastique .....	200
3. 1. Couplage taux d'écroûissage et taux de transformation de phase .....	201
3. 2. Couplage taux d'écroûissage et taux d'indexation en EBSD .....	202
3. 3. Couplage taux d'écroûissage et réorientation des grains en surface .....	203
3. 4. Couplage taux d'écroûissage et taux de déformation en cisaillement .....	206
4. Mécanismes d'endommagement et émission de particules d'usure .....	207
<b>Conclusion générale et perspectives .....</b>	<b>209</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>215</b>
<b>ANNEXES.....</b>	<b>221</b>
I. Répétabilité et reproductibilité des essais tribologiques de la paramétrie P2-20°C.....	222
II. Observations MEB en coupe parallèle à la direction de glissement après essais selon la paramétrie P2-20°C.....	223
III. Procédure de détermination de la relation entre le taux de déformation plastique en sous-couche et la dureté des Stellites.....	225





# Introduction

Le forgeage à chaud (ou matriçage) est un procédé de mise en forme des matériaux prépondérant dans l'industrie lourde, notamment en aéronautique (petite série) et en automobile (grande série). Ce procédé consiste à déformer plastiquement un lopin, porté à haute température (généralement  $>1000\text{ °C}$ ), entre deux matrices portant en creux la forme de la pièce souhaitée (Figure 1).

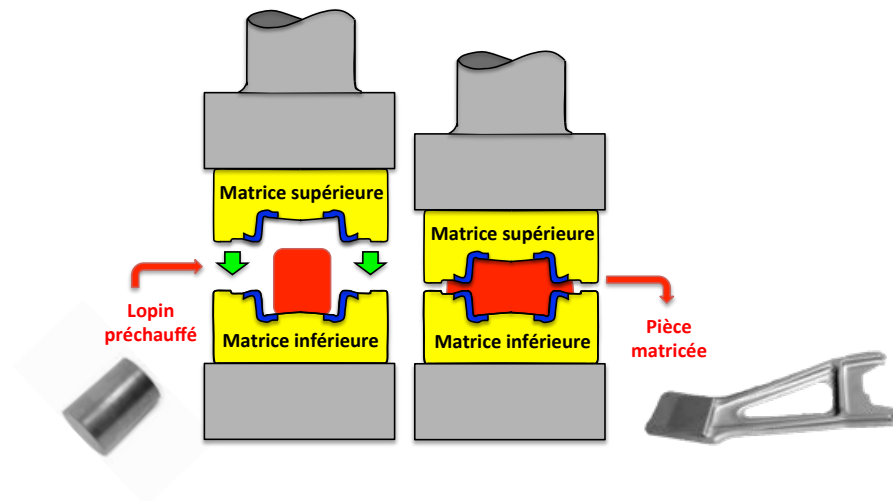


Figure 1 : Principe du forgeage.

Si ce procédé permet la production de pièces de précision, à hautes caractéristiques mécaniques, il engendre des dégradations sévères et rapides des matrices. Ces dernières sont en effet le siège de sollicitations très importantes, et complexes du fait qu'elles sont à la fois de nature thermique, mécanique et tribologique. Ceci est lié :

- à la nature des alliages transformés (principalement des alliages base nickel de type Inconel 718 ou des alliages de titane),
- au profil sévère des gravures,
- à la température élevée de préchauffage des lopins à transformer ( $950\text{ °C} - 1100\text{ °C}$ ),
- au niveau élevé des charges appliquées (plusieurs milliers de tonnes).

Dans le domaine du forgeage à chaud de pièces automobiles, il est généralement considéré que la ruine des matrices est due à 70 % à l'usure abrasive, à 25 % à la fissuration mécanique, à 2 % à la fatigue thermique et à 3 % à la déformation plastique [BOUR91].

Dans le domaine du forgeage à chaud de pièces aéronautiques, qui nous intéresse plus spécifiquement, la ruine des matrices est essentiellement contrôlée par la déformation plastique, thermiquement activée. En raison du contact relativement long entre la matrice et le lopin ( $> 1\text{ min}$ ), des températures et des efforts de forgeage, ces matrices sont fortement sollicitées. En particulier, dans les zones critiques de l'outillage où le lopin fortement déformé plastiquement glisse sur l'outil (en général dans les fuites de bavure), la **déformation plastique** devient alors la source d'endommagement principale, limitant la durée de vie des matrices à quelques dizaines de pièces parfois.

Cet endommagement sévère, limitant la durée de vie des matrices à seulement quelques cycles de forgeage, exige des réparations. La qualité et le flux des productions sont ainsi altérés et pèsent alors sur les coûts de production et la compétitivité. La réparation couramment réalisée sur les matrices de forgeage à chaud consiste à éliminer la zone endommagée (par meulage, « décriçage » ou « relavage »), à ré-usiner le profil de la gravure (« défonçage ») et à effectuer un rechargement métallique manuel sur les surfaces. Si le rechargement est essentiellement envisagé à visée curative, il peut également être effectué à visée préventive. Cependant, les rechargements actuels, dits conventionnels (Stellite 21 (base cobalt) déposé par procédé MIG sur une épaisseur de 3 mm) ne sont pas satisfaisants car ils sont eux-mêmes fortement endommagés après seulement quelques pièces forgées.

L'amélioration de la tenue en service des matrices de forgeage à chaud est l'une des préoccupations majeures des forgerons. Dans ce contexte, la société Aubert et Duval est porteuse d'un projet FUI (Fonds Unique Interministériel) sur le thème de l'augmentation de la durée de vie des matrices de forgeage à chaud destinées au marché aéronautique. Ce projet s'intitule ROOF, pour **Revêtements Optimisés pour Outillages de Forge**. Labellisé par les pôles de compétitivités Viaméca, Aerospace Valley et par le pôle européen de la céramique, ce projet regroupe une dizaine de partenaires industriels (Tableau 1) et académiques (Tableau 2).

<i>Partenaires industriels</i>	<b>Rôle</b>
<b>Aubert &amp; Duval</b> (Pamiers-09)	Porteur du projet Essais sur presse pilote, à l'échelle semi-industrielle Essais sur matrices de forgeage de pièces aéronautiques, à l'échelle 1
<b>AMIS</b> (Montluçon-03)	Essais sur poinçons de pièces automobiles, à l'échelle 1
<b>CATOIRE</b> (Martizay-36)	Usinage des nouveaux revêtements
<b>DURUM</b> (St-Victor-03)	Industrialisation du procédé PTA
<b>DMA Laser</b> (St-Martin-la-Plaine-42)	Industrialisation du procédé LASER

**Tableau 1 : Rôle des partenaires industriels dans le projet ROOF.**

<i>Partenaires académiques</i>	<b>Rôle</b>
<b>SPCTS</b> (Limoges-87)	Études paramétriques des rechargements par procédé PTA
<b>ENISE</b> (Saint-Étienne-42)	Études paramétriques des rechargements par procédé Laser
<b>CETIM</b> (Saint-Étienne-42)	Expertise forgeage et matériaux, définition des stratégies d'usinage
<b>ICA</b> (Albi-81)	Caractérisations mécaniques des rechargements Étude du comportement tribologique des rechargements

**Tableau 2 : Rôle des partenaires académiques dans le projet ROOF.**

Dans le cadre du projet ROOF, plusieurs nuances de rechargement déposées par trois procédés sont envisagées. En particulier, le procédé MIG (soudage à l'arc) est comparé à deux technologies de fusion-soudage émergentes dans ce domaine, le procédé PTA (plasma à arc transféré) et le procédé LASER. Ces techniques ont été appliquées pour déposer principalement deux nuances de Stellite (grade 21 et grade 6) mais aussi des superalliages bases nickel, des

« composites » Stellites renforcés par des carbures ( $\text{Cr}_3\text{C}_2$ , zircone yttrée ( $\text{ZrO}_2$ , 3  $\text{Y}_2\text{O}_3$ )), ou encore des mélanges base nickel/base cobalt.

Dans ce contexte, l'objectif de cette thèse est d'étudier et comprendre les mécanismes physiques de l'endommagement de surface des deux nuances de Stellite. Ceci, afin de formuler des orientations et des optimisations lors des rechargements LASER et PTA pour augmenter la durée de vie des matrices de forgeage rechargées. Il s'agit donc, dans un premier temps, de mettre en place des moyens d'essais permettant de reproduire des endommagements similaires à ceux observés via des expertises de matrices industrielles endommagées. En particulier, le tribomètre fortes charges de l'ICA-Albi, associé à un moyen de chauffage, aidera à mieux comprendre si les mécanismes physiques d'écoulement plastique des matrices rechargées sont consécutifs aux seules sollicitations thermiques inhérentes au forgeage à chaud ou à la synergie entre les sollicitations thermiques et tribologiques.

À l'Institut Clément Ader d'Albi (ICA-A), les travaux menés en tribologie sont orientés vers l'étude et la modélisation du comportement à l'endommagement microscopique, mésoscopique et macroscopique d'un "élément de surface" (surface et sous-couche) sous sollicitations complexes de frottement, en tenant compte de la température et de l'environnement physico-chimique de la surface (oxydation). De précédentes études, au laboratoire de recherche de tribologie de l'ICA-A, ont montré que les mécanismes d'endommagement des outillages de mise en forme pouvaient être liés, soit à des phénomènes d'abrasion, soit à des phénomènes d'écoulement plastique en surface ou en sous-couche de contact pouvant être associés à une microstructure texturée (cristallographique et/ou morphologique). Les conséquences de ces phénomènes sont souvent l'amorçage et la propagation de fissures qui conduisent à la ruine du matériau. Les précédents travaux du laboratoire de tribologie de l'ICA-A ont essentiellement porté sur l'étude de l'acier X38CrMoV5 et ce travail constitue le premier travail de thèse à l'ICA-A sur l'étude de rechargements base cobalt.

Le premier chapitre, état de l'art, débute par un rappel des modes « classiques » d'endommagement des matrices de forgeage à chaud. Ensuite, le principe des procédés MIG, PTA et LASER est donné, avec un accent sur la dilution et la zone affectée thermiquement, induites par ces derniers. La littérature concernant les rechargements Stellites est ensuite déclinée autour de leur composition chimique, microstructure et structure cristallographique. Un point particulier sur la définition de la plasticité dans les alliages métalliques et l'introduction de la notion d'énergie de défaut d'empilement est également présenté. Enfin, cet état de l'art se termine par une synthèse des résultats bibliographiques concernant le comportement tribologique des rechargements Stellite.

Dans le deuxième chapitre, la démarche expérimentale est présentée. La première partie consiste à introduire, de façon succincte, la nature et le traitement thermique du substrat de base sur lequel l'ensemble des rechargements sont réalisés, ainsi que la composition chimique des deux rechargements étudiés (Stellite 21 et Stellite 6). La deuxième partie est déclinée entre la présentation des moyens d'essais utilisés (machines d'essai mécanique (traction et flexion), presse semi-industrielle, tribomètre) et celle des moyens de caractérisations (rugosimètre, microscopes (optique et électronique à balayage), diffractomètre, EBSD). Dans tous les cas, les procédures d'essais ou d'analyses sont détaillées.

Le troisième chapitre débute par les caractérisations réalisées sur des matrices industrielles de forgeage à chaud rechargées, selon la procédure classique actuelle chez Aubert et Duval. Une matrice est caractérisée à l'état initial, c'est-à-dire avant opérations de forgeage, et plusieurs matrices sont expertisées à l'état endommagé. La démarche mise en place pour ces expertises, afin d'identifier les principaux modes d'endommagement, consiste en des observations aux échelles macroscopiques et microscopiques, des mesures de dureté et des analyses chimiques. Les principaux résultats, pour chacune des matrices, y sont présentés. Le deuxième volet de ce chapitre concerne les résultats du comportement rhéologique des rechargements base cobalt ainsi que ceux des essais d'adhérence réalisés via des essais de flexion quatre points.

Enfin, le quatrième chapitre concerne le comportement des rechargements base cobalt dans des conditions semi-industrielles et de laboratoire. A l'échelle semi-industrielle, les comparaisons entre des matrices nues et des matrices rechargées sont faites afin de montrer le bénéfice des rechargements. Les observations macroscopiques et les mesures de dureté permettront d'identifier les mécanismes dans ces conditions. Pour les essais tribologiques, dans un premier temps, on s'assurera de la possibilité de créer des endommagements similaires à ceux observés sur matrices industrielles. Les caractérisations métallurgiques multi-échelles avant et après frottement sont présentées sur les différents couples matériau/procédé. L'évolution du coefficient de frottement, les observations de microstructure, les mesures de dureté, les analyses de phases et d'orientation préférentielle par DRX sont également présentées et discutées afin de comparer, d'identifier et de comprendre la déformation plastique et l'endommagement des différents rechargements. L'ensemble de ces résultats permettra de relier les observations à l'échelle macroscopique avec des phénomènes microscopiques afin d'optimiser le choix du couple matériau/procédé pour l'application industrielle sous-jacente.

# Chapitre 1

## État de l'art

Les matrices de forgeage à chaud aéronautiques sont soumises à des sollicitations thermiques et mécaniques très sévères et les aciers à outils de travail à chaud utilisés classiquement ne peuvent pas répondre à de telles sollicitations. Afin d'améliorer la tenue en service de ces matrices, une solution consiste à apporter en surface un matériau « protecteur » ayant de bonnes propriétés mécaniques et qui les garde à des températures élevées (supérieures à 500 °C). Ainsi, les techniques de rechargement, qui permettent de réaliser des dépôts épais de plusieurs millimètres sont couramment pratiquées sur des surfaces déjà dégradées pour effectuer une réparation (rechargement curatif) mais également en tant que renfort sur des matrices neuves (rechargement préventif).

Pour les matrices de forgeage à chaud d'Aubert et Duval, la solution actuelle consiste à déposer un superalliage base cobalt (Stellite 21) par procédé de soudage à l'arc (MIG). Ce rechargement est lui-même fortement endommagé, principalement par déformation plastique, après seulement quelques pièces forgées.

Dans le cadre du projet FUI-ROOF (Revêtements Optimisés pour Outillages de Forge), afin d'augmenter la durée de vie des matrices de forgeage à chaud, différents types de rechargement déposés par différents types de procédés sont étudiés. En particulier, le procédé MIG est comparé à deux technologies de fusion-soudage émergentes dans ce domaine : le procédé de plasma à arc transféré (PTA) et le procédé LASER.

Ce premier chapitre, état de l'art, s'articule autour d'une revue des modes de dégradation classiques des matrices de forgeage à chaud suivie d'une présentation succincte du principe des trois procédés de rechargement utilisés pour réaliser les rechargements étudiés au cours de cette thèse. Ensuite, les matériaux de rechargements de l'étude sont présentés. Une description des mécanismes de déformation plastique généralement observés dans les alliages métalliques, avec une focalisation sur les alliages de rechargement de l'étude fait l'objet de la quatrième partie. Et enfin, la dernière partie de ce chapitre présente une revue de la littérature concernant le comportement tribologique de rechargements.

### I. Dégradations des outillages de forgeage à chaud

Le procédé de forgeage à chaud comprend trois étapes [BARR04] :

- Mise en contact des matrices préchauffées et du lopin à haute température.
- Mise en forme du lopin par pressage entre les deux matrices afin qu'il en épouse les formes. Au cours de cette étape, des contraintes importantes sont appliquées à l'outil. En effet, la mise en forme de pièces aéronautiques peut nécessiter jusqu'à plusieurs dizaines de milliers de tonnes pendant des durées de l'ordre de la minute.
- Éjection de la pièce, refroidissement et lubrification de l'outil pour la suite de la production.

Lors du procédé de forgeage à chaud, les matrices sont donc soumises à des sollicitations thermomécaniques et tribologiques qui, combinées à la géométrie de leur surface, conduisent à différents modes « classiques » d'endommagement (Figure 2) [KOH089, SUMM95, FARH06] :

- usure abrasive

- fatigue mécanique
- fatigue thermique
- déformation plastique

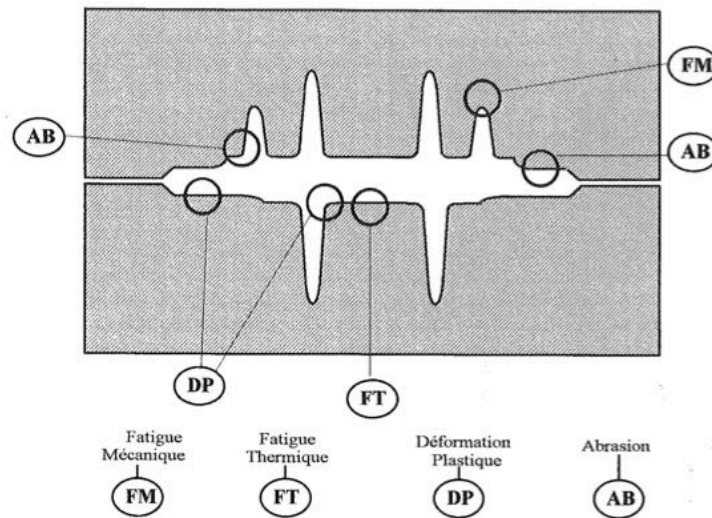


Figure 2 : Localisation des modes d'endommagement « classiques » des matrices de forgeage à chaud [SAWA94].

## 1. Usure abrasive

En forgeage à chaud, l'abrasion provient de la pénétration puis du déplacement de particules dures (oxydes du métal ou du lopin) à l'interface lopin/matrice ou du glissement d'une surface dure et rugueuse (lopin) sur une surface tendre et moins tenace (matrice). Elle se produit préférentiellement dans les zones de fort glissement entre le lopin et la matrice, principalement les congés. L'écoulement de matière du lopin à la surface de la matrice induit des vitesses de glissement élevées, jusqu'à 2-3 m/s [KIRC99] qui conjuguées à l'application de fortes charges conduisent à de l'abrasion. Cette abrasion qui se traduit par un enlèvement de matière (formation de stries d'usure), jusqu'à 2 mm au rayon, est assimilable à un micro-usinage. Les principaux paramètres influents sur l'usure par abrasion sont : la pression de contact, la longueur de glissement, la dureté de la surface de la matrice à la température de travail et la nature de l'interface lopin/matrices (présence ou non de particules abrasives).

Dans l'industrie automobile, si l'usure abrasive est prédominante (70 %), même les outillages les plus sévèrement sollicités forgent plusieurs centaines ou milliers de pièces. Pour diminuer l'usure abrasive, la dureté des matrices est généralement augmentée par l'ajout de dépôts durs en surface. Mais une dureté trop élevée conduit à des risques de fissuration plus importants. Les dépôts doivent donc présenter une grande dureté mais également une grande ténacité car il est constaté une compétition entre les mécanismes d'usure et la fissuration par fatigue lors de la dégradation des différentes matrices. Parmi les techniques de dépôts utilisées, la nitruration gazeuse est un des procédés les plus communs en forgeage de pièces automobiles, mais d'autres traitements de surface sont également utilisés (Projection plasma, PVD et techniques couplées) [PELL01, PANJ02, FELD06, TERC06, LESK09]. Les traitements duplex sont également investigués [PANJ02, LESK09] et la nature des matériaux et les combinaisons de couches sont multiples et variées [DOBR05].

## 2. Fatigue mécanique

Au cours de chaque opération de forgeage, les outillages sont soumis à des sollicitations mécaniques qui peuvent atteindre quelques milliers de mégapascals (Figure 3). L'influence de la géométrie des matrices sur la distribution des contraintes dans les rayons de fond de gravure est présentée en Figure 3. Cette dernière montre un pic des contraintes tangentielles au niveau du rayon (II) et des contraintes normales maximales en fond de gravure (I). Notons que dans cette zone, il y a peu de glissement de matière du lopin sur la matrice. Il y a plutôt un « déroulement » de la matière qui vient remplir le rayon, puis qui ne « bouge » plus.

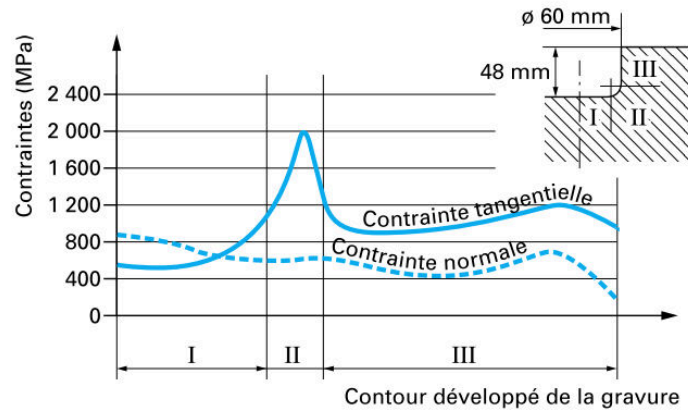
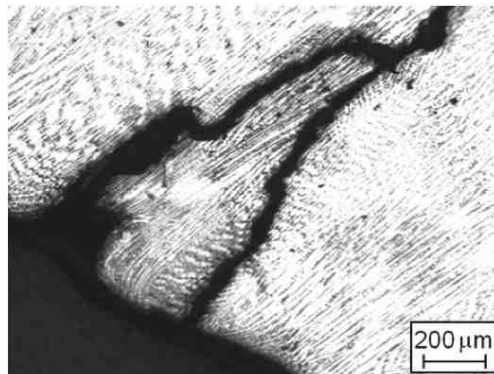


Figure 3 : Contraintes tangentielles et normales sur la surface développée du rayon de fond de gravure d'une matrice [BOUR91].

L'endommagement par fatigue mécanique, qui se présente sous forme de fissures (Figure 4), peut être du type [BOUR91] :

- rupture brutale : faciès des fissures non oxydés qui indique que l'amorçage et la propagation de fissures ont eu lieu très rapidement,
- fissuration progressive : fissures oxydées et polluées.



Température matrice : 250-320 °C ; matériau forgé : EN3C ; température forgeage : 1050 °C ; lubrification : graphite

Figure 4 : Observation de fissures en surface d'une matrice de forgeage à chaud en acier H11 rechargée en Stellite 6 par procédé TIG après 16 000 cycles de forgeage : propagation dans les espaces interdendritiques [FARH06].



### 3. Fatigue thermique

Lors d'un cycle de forgeage, les surfaces des matrices subissent des variations de températures (Figure 5) entre 200 °C et 700 °C dues :

- au chauffage par :
  - rayonnement du lopin chaud (> 1000 °C),
  - conduction dans les zones de contact lopin/matrice,
  - énergie thermique dégagée par le frottement du lopin sur la matrice.
- au refroidissement par :
  - rayonnement avec l'extérieur,
  - conduction avec la partie plus froide de l'outillage,
  - lubrification.

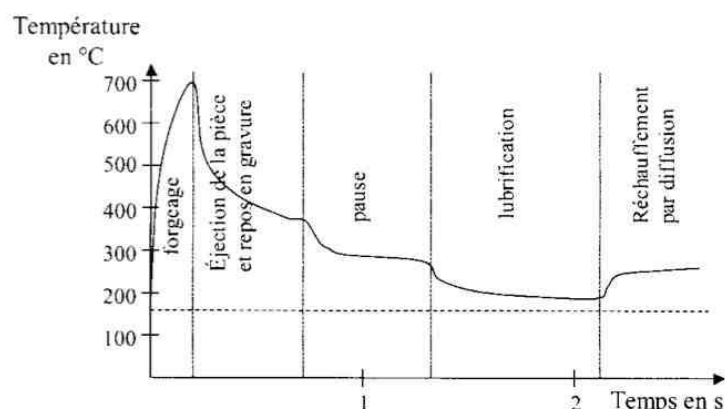


Figure 5 : Détail d'un cycle thermique de forgeage à chaud [BOUR91].

L'augmentation de la température de la surface implique sa dilatation qui se trouve contrariée par la sous-couche de l'outil qui reste « froide » (proche de la température de préchauffage qui est de 450 °C dans le cas des matrices de cette étude). Ceci génère des contraintes de compression dans les directions tangentes à la surface et peut entraîner une plastification des couches superficielles. Inversement, lors du refroidissement des couches superficielles, il y a contraction. S'il y a eu déformation plastique lors du chauffage, le retrait entraîne la création de contraintes de traction qui sont susceptibles de conduire à une fissuration superficielle.

D'après l'équation de la contrainte thermo-élastique « $\sigma$ » (Équation 1), l'endommagement par fatigue thermique dépend :

- des propriétés du matériau d'outillage : coefficient de dilatation linéaire, module d'élasticité, coefficient de Poisson,
- et des conditions de forgeage : les conditions de préchauffage, de lubrification et de refroidissement des outils peuvent augmenter le gradient thermique des couches superficielles et ainsi favoriser la formation de fissures.

Si la contrainte thermo-élastique « $\sigma$ » atteint la contrainte d'écoulement (limite d'élasticité) du matériau d'outillage à la température considérée, il y a alors plastification des couches superficielles.

Le matériau d'outillage doit donc avoir une limite d'élasticité suffisamment élevée à la température de travail pour éviter la plastification et une ductilité suffisante pour retarder l'amorçage et la formation d'un réseau de fissures en surface (faïençage) (Figure 6).

$\sigma = \frac{-\alpha \cdot \Delta\theta \cdot E}{1 - \nu}$	$\alpha$ : coefficient de dilatation linéaire (°C <sup>-1</sup> ) $\Delta\theta$ : variation de température au cours de l'opération de forgeage (°C) $E$ : module d'élasticité (MPa) $\nu$ : coefficient de Poisson
---	--

**Équation 1 : Contraintes thermo-élastiques.**



**Figure 6 : Réseau de fissures, caractéristique du faïençage, lié à la fatigue thermique sur un poinçon revêtu de Stellite 6 après forgeage de 3000 pièces (ébauches de bagues de roulement) [FEKI10].**

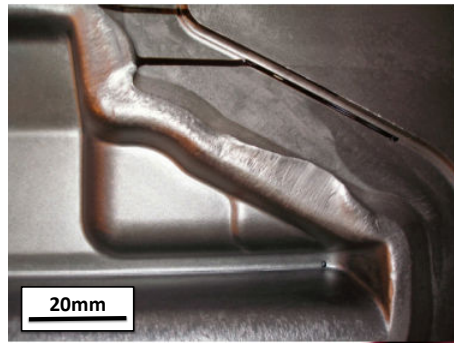
## 4. Déformation plastique

Ce mode d'endommagement a pour origine le dépassement local de la limite d'élasticité de l'outil à la température de travail. La déformation plastique est favorisée par une diminution des propriétés mécaniques (adoucissement thermique) des surfaces actives de l'outil qui sont soumises à un échauffement important au cours des opérations de forgeage.

Des sollicitations thermomécaniques sévères sont notamment générées lors de la transformation de nuances de type superalliage base nickel ou titane qui requièrent des presses de grandes capacités (plusieurs dizaines de milliers de tonnes) et des températures élevées (950 °C – 1100 °C). La déformabilité moins importante de ces alliages nécessite également l'emploi de presses hydrauliques (vitesse lente : classiquement de l'ordre de 5 à 8 mm/s) qui augmentent le temps de contact entre le lopin très chaud et la surface de l'outil moins chaude (ordre de la minute). C'est typiquement le cas du forgeage à chaud de pièces aéronautiques, où l'endommagement des outillages est préférentiellement contrôlé par la déformation plastique thermiquement activée (sous presse, les lopins à forger ayant une température aux alentours de 1000 °C, la température de surface de l'outil peut dépasser 750 °C, données Aubert et Duval). Ainsi, sous l'effet de ces températures supérieures aux températures de revenu classique des aciers à outils conventionnels, l'outil subit une diminution de ses propriétés mécaniques.

Les outillages sont donc fortement sollicités et dans les zones critiques de l'outillage où le lopin fortement déformé plastiquement glisse sur l'outil (en général en fuite de bavure), la déformation plastique conduisant au refoulement de la matière de l'outil et à la formation d'un

bouffet plastique devient alors la source d'endommagement principale (Figure 7). C'est l'élément limitant la durée de vie de ces outillages, même si l'abrasion reste un mécanisme observé dans certaines zones.



**Figure 7 : Déformation plastique d'un outillage de matriçage d'Aubert et Duval rechargé en Stellite 21 par procédé MIG (photo Aubert et Duval).**

## 5. Conclusion

La déformation plastique est le mécanisme d'endommagement principal des surfaces de travail des outillages de forge à chaud en aéronautique, ce qui nécessite de les réparer fréquemment. Les origines de cet endommagement sont des sollicitations mécaniques et tribologiques sévères couplées à des températures locales très élevées qui conduisent l'outillage à ne forger qu'un nombre réduit de pièces. Le principe de rechargement d'outillages permet de pallier aux faiblesses des aciers d'outillage pour travail à chaud dans le domaine de la forge. Si le procédé MIG a déjà fait ses preuves, il n'est pas encore la solution idéale car les rechargements MIG eux-mêmes sont fortement endommagés après seulement quelques pièces forgées. De nouvelles voies de dépôt se dégagent et semblent permettre d'améliorer significativement les performances à chaud des outillages, dans la mesure où un certain nombre de paramètres tels que la nuance du rechargement, le procédé de dépôt ou encore la méthodologie d'usinage soient optimisés. Cette conclusion nous conduit à nous intéresser, dans la littérature, aux différents procédés et matériaux de rechargements identifiés et imposés par le cadre du projet.

## II. Rechargement par soudage

Ce paragraphe présente et compare les trois procédés de fusion-soudage étudiés dans le cadre du projet ROOF : MIG (Metal Inert Gas), PTA (Plasma Transferred Arc) et LASER. En particulier, les notions de dilution et de zone affectée thermiquement (ZAT) sont présentées dans le cas de rechargements réalisés sur des aciers (Figure 8).

La mise au point des paramètres de rechargement n'entre pas dans le cadre de cette thèse car effectuée par le laboratoire de l'ENISE en collaboration avec la société DMA LASER pour le procédé LASER et par le SPCTS en collaboration avec la société DURUM pour le procédé PTA. Les procédés et paramètres de rechargement étant prédéfinis dans le cadre du projet FUI-ROOF, ces travaux de thèse s'intéresseront aux différences métallurgiques induites par les différents procédés et leur influence sur le comportement tribologique.

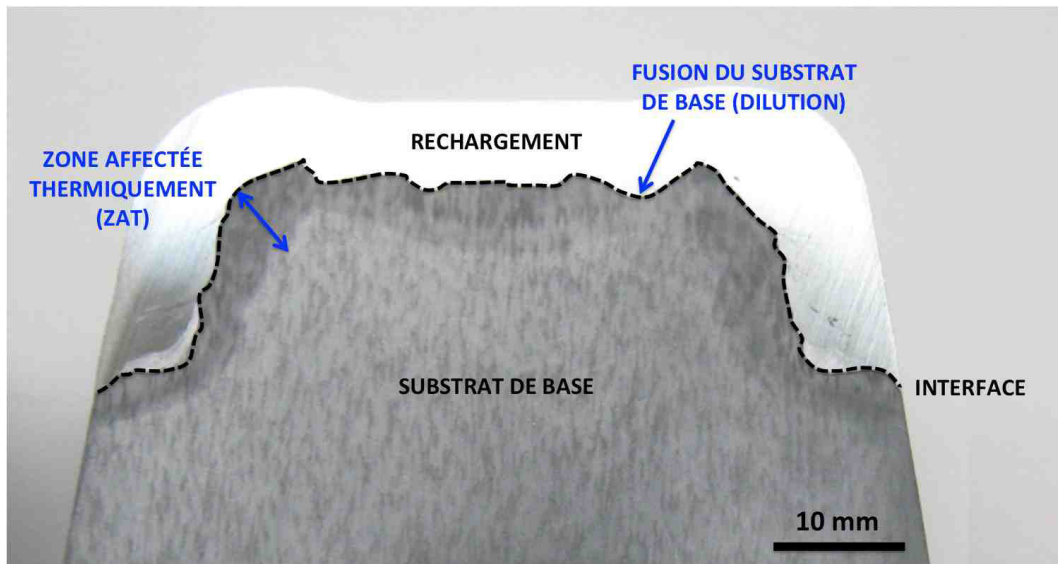


Figure 8 : Exemple de rechargement d'un matériau base cobalt sur un substrat en acier par procédé MIG.

## 1. Définition des procédés de rechargement

### 1. 1. Procédé MIG

Le principe du procédé MIG (Metal Inert Gas, soudage à l'arc) est présenté en Figure 9. C'est un procédé de rechargement semi-automatique : le fil se déroule de façon automatique mais la torche est déplacée manuellement. Le matériau de rechargement est apporté sous la forme d'un fil fourré, qui se dévide donc automatiquement. Un arc électrique est établi entre cette électrode fusible (fil fourré consommable constitué du matériau à déposer) et le substrat de base, sous protection de gaz inerte. Cet arc électrique apporte l'énergie calorifique nécessaire pour entraîner la fusion du métal d'apport et d'une partie du métal de base, et assurer leur jonction.

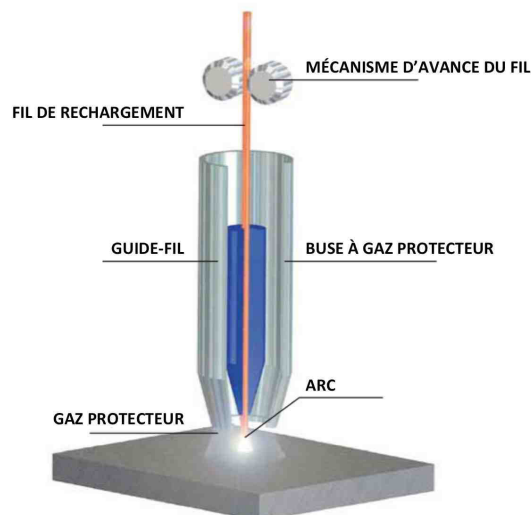


Figure 9 : Principe du rechargement MIG [KENN13].

## 1. 2. Procédé PTA

Le procédé PTA (Plasma Transferred Arc, plasma à arc transféré) est un procédé de rechargement automatique. Le matériau de rechargement est apporté sous forme de poudre. Un arc électrique est créé entre une électrode infusible (en tungstène) et le substrat de base, sous protection de gaz inerte (Figure 10). Cet arc électrique apporte l'énergie calorifique nécessaire pour entraîner la fusion du métal d'apport et d'une partie du métal de base et leur jonction.

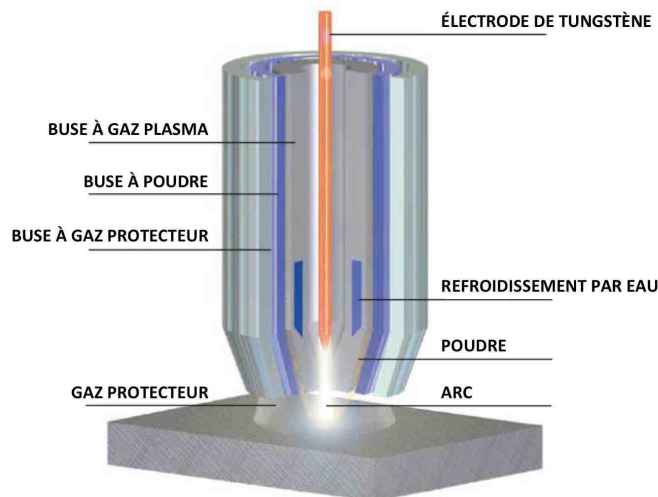


Figure 10 : Principe du rechargement PTA [KENN13].

## 1. 3. Procédé LASER

Le principe du procédé LASER est présenté sur la Figure 11. C'est un procédé de rechargement automatique. Le matériau de rechargement est apporté sous la forme de poudre par un gaz inerte puis injecté latéralement ou coaxialement dans le faisceau laser. La poudre fond « en vol » sous l'effet du laser et va se déposer sur la pièce à traiter. Dans le cadre du projet, un laser de type YAG est utilisé.

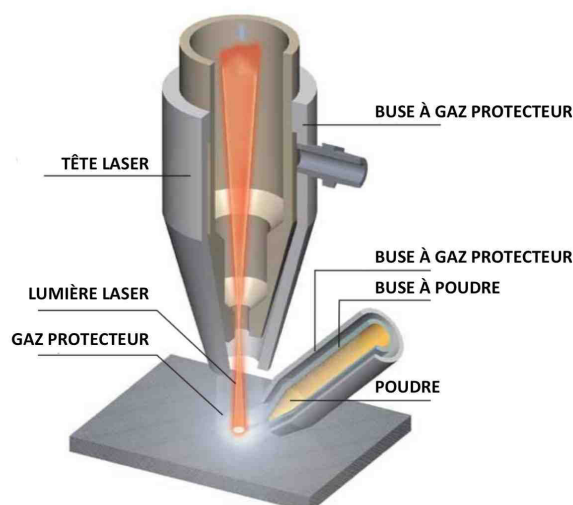


Figure 11 : Principe du rechargement LASER [KENN13].

#### 1. 4. Comparaison des procédés MIG, PTA et LASER

Les principaux paramètres de rechargement sont : l'intensité du courant (I), la tension d'arc (U) et la vitesse d'avance de la torche (V).

L'énergie linéaire de soudage, qui s'exprime selon l'Équation 2, est la grandeur généralement utilisée pour caractériser les différents procédés.

$$E = \frac{U \times I}{V}$$

E : énergie linéaire de soudage (en J/mm)

U : tension d'arc (en V)

I : intensité du courant (en A)

V : vitesse d'avancée de la torche (en mm/s)

Équation 2 : Énergie linéaire de soudage.

Avec une paramétrie classique associée à chaque procédé, le Tableau 3 présente les principales caractéristiques en termes d'apport d'énergie, de taux de dilution, de vitesse de dépôt et d'épaisseur minimale de dépôt [LEVE07]. Notons que les procédés LASER et PTA entraînent un plus faible taux de dilution que le procédé MIG, en contrepartie ils forment une plus faible épaisseur de dépôt. De façon générale, plus l'énergie de soudage est élevée, plus elle entraîne une forte pénétration des passes. Cela conduit à une augmentation du taux de dilution et à une plus grande hétérogénéité de la structure.

Procédé de dépôt	Apport d'énergie (*)	Taux de dilution (%)	Vitesse de dépôt (kg/h)	Épaisseur minimale (mm)
MIG	4	10 à 40	1 à 6	3,0
PTA	2	5 à 20	0,5 à 7	0,8
Laser	1	1 à 5	0,5 à 4	0,5

(\*) : Valeurs relatives, plus l'indice est élevé plus l'apport d'énergie est important.

Tableau 3 : Comparaison des procédés de rechargement MIG, PTA et laser [LEVE07].

## 2. Phénomène de dilution

Au cours d'une opération de soudage, une partie du métal de base est fondue par la source de chaleur et se mélange au métal d'apport pour former la zone fondue, cela s'appelle la dilution. Dans le cadre de ces travaux, le métal de base est un acier.

Des observations macroscopiques réalisées par la société DMA LASER (partenaire du projet FUI-ROOF), mettent en évidence le phénomène de dilution relativement important dans le cas d'un rechargement MIG (Figure 12-a) qui peut être réduit grâce à des procédés de dépôts comme le LASER (Figure 12-b). On peut également remarquer, sur ces micrographies, la régularité de l'interface obtenue avec le procédé LASER contrairement au procédé MIG.

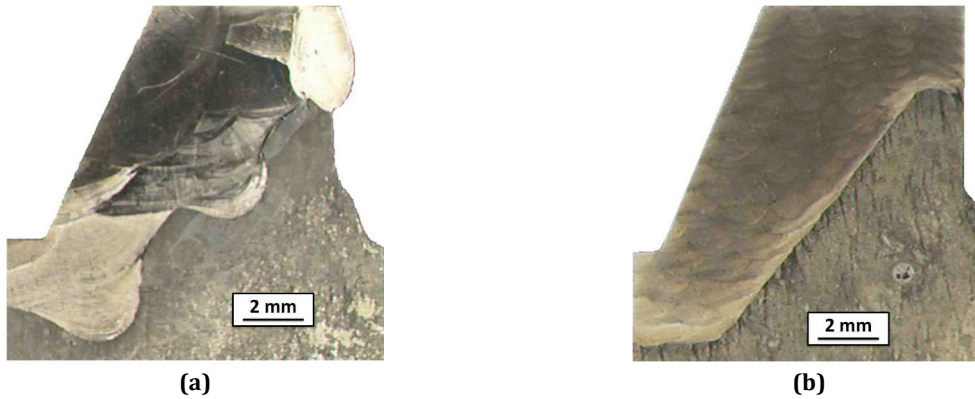
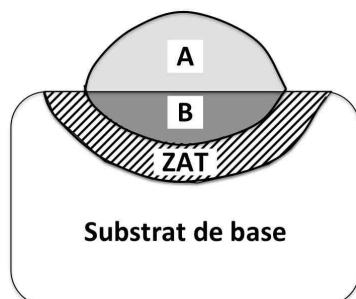


Figure 12 : Rechargement Stellite par soudage MIG (a) et par procédé LASER (b) (données DMA Laser).

## 2. 1. Taux de dilution macroscopique

Le taux de dilution macroscopique (Figure 13) correspond au rapport entre la « surface » de métal de base fondu (B) et la « surface » totale de la zone fondue (A+B). Il s'exprime en pourcentage et se détermine à partir d'une coupe macrographique. Il varie en fonction du procédé de soudage, de l'énergie de soudage appliquée (intensité, tension, vitesse de soudage), du préchauffage et de la taille des pièces rechargées. Le taux de dilution doit être suffisant pour assurer une bonne liaison métallurgique entre le rechargement et le substrat de base mais pas trop pour ne pas modifier de manière trop importante la composition et donc les propriétés du rechargement. Pour un rechargement MIG, Fouilland [FOUI09] a montré qu'un taux de dilution de 10% est insuffisant pour éviter la fissuration à l'interface entre la première couche de rechargement et le substrat.



$$\text{Taux de dilution (\%)} = \frac{B}{A + B} \times 100$$

Figure 13 : Schéma des différentes zones pour le calcul du taux de dilution (A : métal d'apport fondu ; B : métal de base fondu ; ZAT : zone affectée thermiquement).

## 2. 2. Taux de dilution volumique

Le taux de dilution volumique ( $D_v$ ) se calcule selon l'Équation 3 développée par De Mol Van Otterloo [DEMO97], dans le cas de rechargements sur un substrat en acier. Dans cette équation, les masses volumiques du substrat ( $\rho_s$ ) et du rechargement ( $\rho_c$ ) ainsi que la teneur en fer ( $Fe_s$ ) du substrat de base sont généralement connues et la teneur en fer du rechargement ( $Fe_c$ ) peut être déterminée par spectrométrie en dispersion d'énergie des rayons X (EDS) associée à un microscope électronique à balayage (MEB). Cette méthode de calcul du taux de dilution traduit essentiellement la « diffusion » de l'élément fer du substrat vers le rechargement.

Notons que c'est la méthode préférentiellement utilisée par les auteurs pour identifier le taux de dilution.

$D_v = \left[ 1 + \frac{\rho_s}{\rho_c} \left( \frac{Fe_s}{Fe_c} - 1 \right) \right]^{-1}$	$\rho_s$ : masse volumique du substrat (g/cm <sup>3</sup> )
	$\rho_c$ : masse volumique du rechargement (g/cm <sup>3</sup> )
	$Fe_s$ : teneur en fer dans le substrat (%mass)
	$Fe_c$ : teneur en fer dans le rechargement (%mass)

Équation 3 : Formule de calcul du taux de dilution volumique [DEMO97].

### 3. Zone affectée thermiquement (ZAT)

La zone affectée thermiquement (ZAT) correspond à la zone du substrat de base attenante à la zone fondue (Figure 14). Elle est soumise à de fortes élévations de température sans qu'il y ait fusion du métal et elle est le siège de modifications métallurgiques du métal de base qui se produisent hors équilibre.

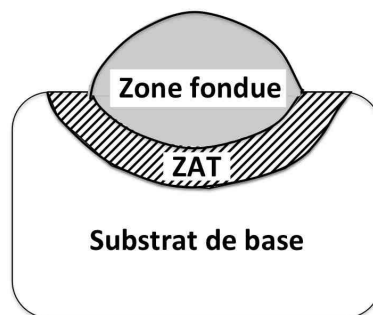


Figure 14 : Zone affectée thermiquement (ZAT) lors d'une opération de soudage.

Dans le cas d'un substrat en acier, quatre zones sont observables dans une ZAT (Figure 15) :

- **Zone de croissance des grains** : la température maximale atteinte est proche de la température de fusion, elle varie en effet de 1100 °C à 1500 °C. Dans cette zone, le métal de base est donc chauffé à des températures correspondant à la phase austénitique, ce qui entraîne un grossissement du grain austénitique qui implique une augmentation considérable de la trempabilité. Après refroidissement, les microstructures obtenues varient de structures aciculaires grossières à des structures de trempe (pour des vitesses de refroidissement plus élevées) qui sont plus dures et plus fragiles que celles du métal de base.
- **Zone recristallisée** : la température locale est comprise entre  $A_{c3}$  et 1100 °C, cette zone subit donc un passage très bref dans le domaine austénitique.
- **Zone partiellement transformée** : la température maximale atteinte est comprise entre les points de transformation  $A_{c1}$  et  $A_{c3}$ , ce qui conduit à une austénitisation partielle.
- **Zone sur-revenue** : la température maximale atteinte est comprise entre la température du dernier revenu et  $A_{c1}$ . Le métal subit donc un sur-revenu. Selon l'état initial du métal de base, il est possible de déceler des modifications du type : précipitation, restauration, globulisation.

La microstructure de la ZAT est influencée par :

- la composition chimique du substrat de base (durcissement de la ZAT),
- l'énergie de soudage (taille de grain de la ZAT et profondeur affectée),



- la vitesse de refroidissement après soudage qui dépend du niveau d'énergie de soudure, de la géométrie de la soudure, de la massivité et du préchauffage du substrat de base.

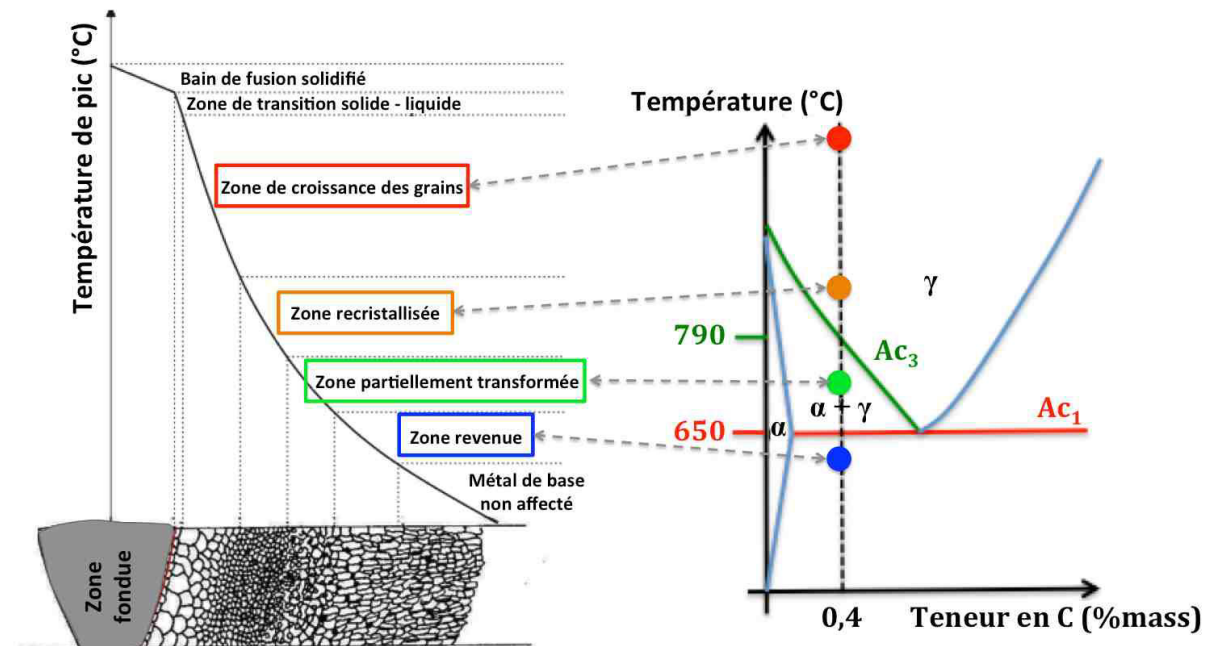


Figure 15 Schéma des différentes zones constitutives d'une ZAT et comparaison avec le diagramme d'équilibre fer - carbone pour une teneur en carbone de 0,4 %mass.

Les différences microstructurales de la ZAT vont conduire à des variations importantes en termes de dureté. Ainsi, dans un procédé classique de rechargement, il y a toujours une étape thermique de détensionnement, ceci afin de minimiser les fortes variations de dureté dans la ZAT et de libérer les contraintes résiduelles.

### III. Matériaux de rechargement base cobalt

L'élément cobalt a été isolé en 1735 par le chimiste suédois Georg Brandt [HABR79] et les alliages cobalt-chrome ont été développés au début du 20<sup>ème</sup> siècle par l'américain Elwood Haynes et sont généralement connus sous le nom déposé de Stellite®. Les Stellites sont couramment utilisés en tant que rechargements durs pour leurs bonnes propriétés de résistance à l'usure abrasive, même à hautes températures (> 500 °C) [SIMS87].

#### 1. Composition chimique

La composition chimique des Stellites est du type Co-Cr-X, avec X l'addition d'éléments d'alliage (X = W, Mo, C, Ni, Si, ...) qui permet d'ajuster les propriétés. Selon les éléments d'alliage, les Stellites sont classés en différents grades, dont la composition chimique et la dureté brute de soudage sont présentées dans le Tableau 4.

Les Stellites contiennent 20 à 30 %mass de chrome pour leur conférer une bonne résistance à la corrosion à chaud et également participer au durcissement par précipitation de carbures et par solution solide. D'autres éléments d'alliage tels que le tungstène ou le molybdène fournissent une résistance supplémentaire à la matrice. Le carbone est ajouté en faible quantité

(généralement entre 0,25 %mass et 1 %mass) mais son rôle est important car il assure le durcissement par précipitation via la formation de carbures. L'influence des différents éléments d'alliage est présentée dans le Tableau 5.

Grade	Co	Cr	W	Mo	C	Fe	Ni	Si	Mn	Dureté (HRC)
1	bal.	30	13	0,5	2,5	3	1,5	1,3	0,5	54
6	bal.	29	4,5	< 1,5	1,2	< 3	< 3	< 1,5	< 1	40
12	bal.	30	8,3	-	1,4	> 3	1,5	0,7	2,5	48
21	bal.	27	-	5,5	0,25	< 3	2,75	< 1	< 1	30

Tableau 4 : Composition chimique (%mass) et dureté brute de soudage (HRC) des principaux grades de Stellite [VAND04].

Élément	Teneur (%mass)	Effet
Cr	18-30	Résistance à la corrosion et à l'oxydation Formation de carbures ( $M_7C_3$ , $M_{23}C_6$ )
C	0-3	Formation des carbures (MC, $M_6C$ , $M_7C_3$ , $M_{23}C_6$ )
Mo ; W	0-5 ; 0-14	Durcissement par solution solide Formation de carbures (MC, $M_6C$ )
Ni	2-22	Stabilisation de la phase CFC Amélioration des qualités de fluidité en fusion
Ta ; Nb	0-9 ; 0-4	Durcissement par solution solide Formation de carbures (MC)
B	0-3	Formation de borures Amélioration des qualités de fluidité en fusion Augmentation de la résistance à la rupture
Si	0-3	Amélioration des qualités de fluidité en fusion

Tableau 5 : Rôle des principaux éléments d'alliage dans les Stellites [HABR79].

## 2. Microstructure

La microstructure des rechargements base cobalt déposés par soudage est dendritique (Figure 16-a) [ATAM89, HOU05, FOUI05]. Au cours de la solidification, la première phase formée est la matrice dendritique riche en cobalt (Figure 16-b – zone 1). Le liquide restant se solidifie dans les espaces interdendritiques par une réaction eutectique en un mélange lamellaire de phase riche en cobalt et de carbures eutectiques riches en chrome [ATAM89, SHIN03, HOU05] (Figure 16-b – Zone 2).

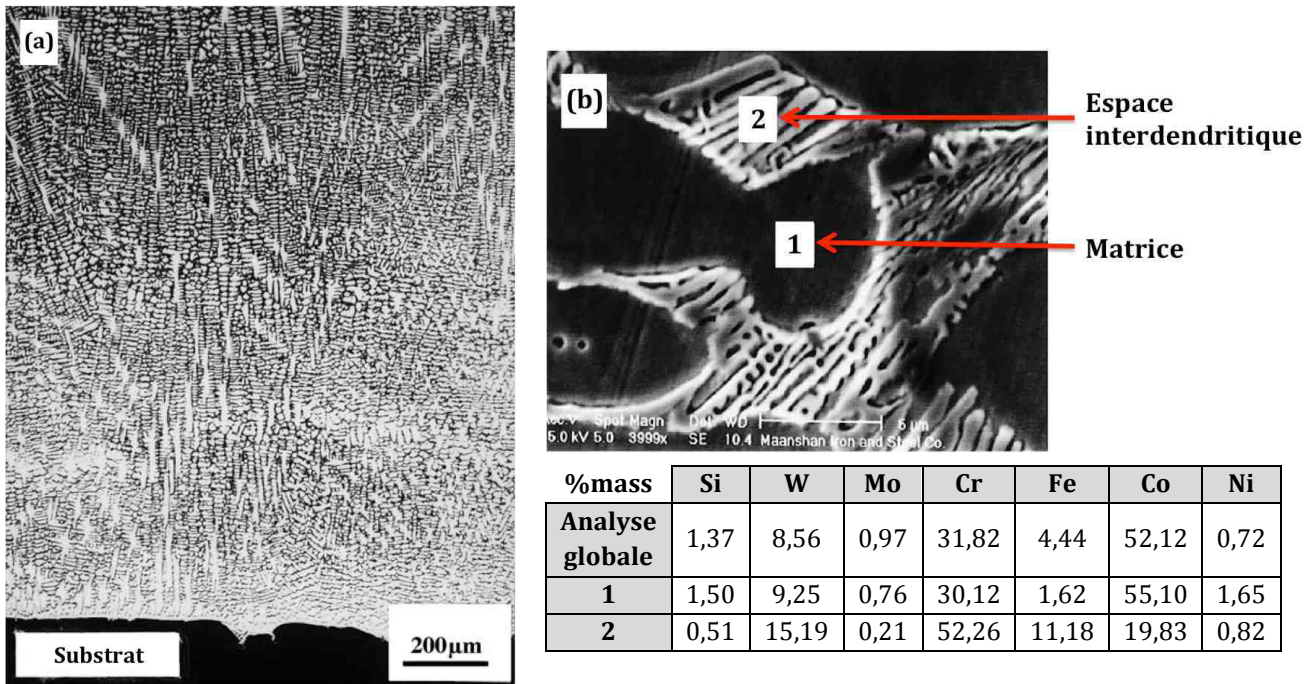


Figure 16 : Rechargement base cobalt brut de soudage, obtenu par procédé PTA sur un substrat de type acier : (a) micrographie optique, (b) image MEB couplée à l'analyses EDS en %mass [HOU05].

D'après le diagramme de phase du système binaire cobalt-chrome (Figure 17) [CALP13], dans le domaine de composition des Stellites ( $\approx 30\%$ mass de Cr), la phase thermodynamiquement stable à basse température est hexagonale compacte (HC,  $\epsilon$ ). Cependant, dans le cas des rechargements base cobalt de type Stellite, la matrice semble garder une structure cubique à faces centrées (CFC,  $\gamma$ ) métastable à température ambiante. Persson [PERS03] et Iordache [IORD06] l'ont mis en évidence pour un rechargement Stellite 21 déposé respectivement par procédé LASER et par procédé MIG et Atamert [ATAM89] pour un rechargement Stellite 6 déposé par trois procédés différents : MMA, TIG et LASER.

L'obtention de cette phase CFC ( $\gamma$ ) métastable à température ambiante pourrait être liée à la vitesse de refroidissement rapide, intrinsèque aux procédés de soudage, qui ne permet pas d'atteindre l'équilibre thermodynamique [DAVI00]. La transformation de cette phase CFC ( $\gamma$ ) métastable à basse température vers la phase stable HC ( $\epsilon$ ) peut être activée :

- par un traitement thermique de vieillissement isotherme réalisé à des températures comprises entre  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$  [SALD99, SALD01],
- par déformation plastique [HUAN99, WU05, KASH08]. Cette transformation de phase par déformation plastique fera l'objet d'un paragraphe dans la partie mécanismes de déformation plastique.

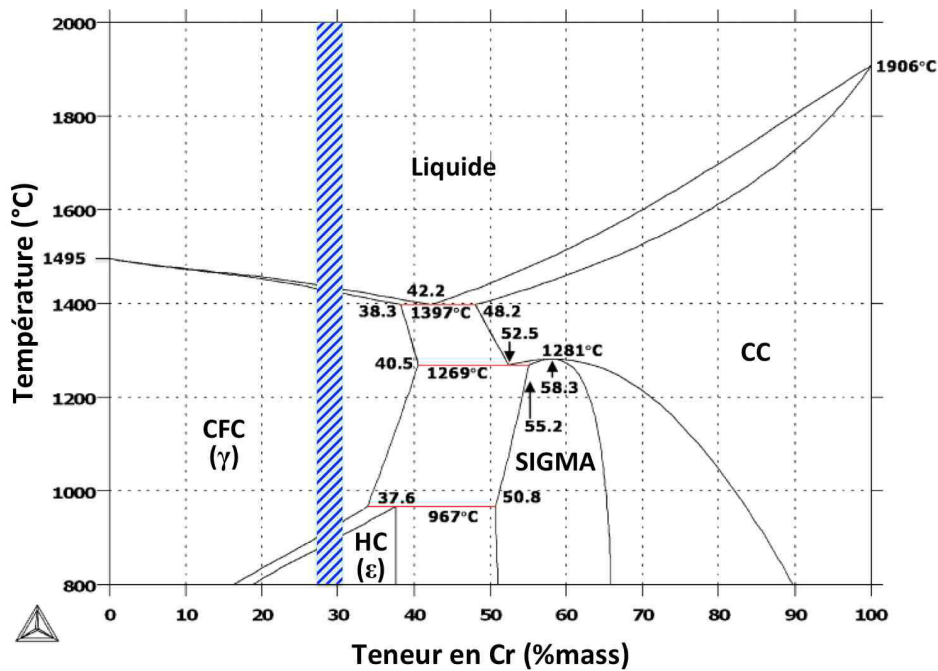


Figure 17 : Diagramme de phase cobalt - chrome calculé par le logiciel "Thermo-Calc" (couplé à la base de données thermodynamiques "PBIN"), en se basant sur la méthode "CALPHAD" [CALP13].

## 2. 1. Matrice dendritique

La matrice dendritique est une solution solide riche en cobalt. La présence d'atomes étrangers en solution solide entraîne un durcissement de la matrice dendritique par solution solide. En effet, l'introduction de discontinuités ponctuelles dans le réseau cristallin freine le déplacement des dislocations par glissement.

Il existe deux types de solution solide dans les alliages métalliques, suivant l'emplacement des atomes d'alliage dans le réseau cristallin du métal de base :

- les solutions solides d'insertion : les atomes étrangers se placent dans les sites interstitiels octaédriques ou tétraédriques,
- les solutions solides de substitution : les atomes étrangers se répartissent sur les nœuds du réseau cristallin, à la place des atomes de base.

La comparaison de la taille des sites interstitiels (Tableau 6) dans les métaux à la taille des principaux éléments constitutifs des Stellites (Tableau 7) laisse supposer que la solution solide des Stellites est une solution solide de substitution (hormis éventuellement pour le carbone).

La différence de taille entre les atomes étrangers en substitution et les atomes de la matrice joue un rôle sur l'ampleur du durcissement par solution solide. De façon générale, plus la différence de taille est importante, plus le durcissement est significatif [MEET00] et le durcissement augmente de façon sensiblement linéaire avec la concentration en éléments étrangers dans la matrice. La limite de solubilité d'atomes étrangers en substitution ne peut être prévue que par des règles empiriques, les règles de Hume-Rothery, fondées essentiellement sur deux facteurs : un facteur stérique (effet de taille) et un facteur électronique (valence, concentration électronique, différence d'électronégativité) [BENA91]. Concernant l'effet stérique, d'après la règle des 15 % de Hume-Rothery : « Pour qu'un métal B ait une solubilité

importante dans A, la taille des atomes de B ne doit pas différer de plus de 15 % de celle des atomes de A ». Dans le cas des Stellites, d'après le Tableau 7, les principaux éléments durcissant de la matrice riche en cobalt semblent donc être le molybdène, le tungstène, le carbone et le silicium (Tableau 7) [PAUL86]. Selon Sims [SIMS87], leur limite de solubilité dans la matrice CFC du cobalt est respectivement 19 %at, 13 %at, 5 %at et 18 %at (Figure 18).

Structure	Sites octaédriques (Å)		Sites tétraédriques (Å)	
	Cas général	Co	Cas général	Co
CC	0,057a	-	0,127a	-
CFC	0,147a	0,49	0,08a	0,27
HC	0,257a	0,64	0,124a	0,31

Tableau 6 : Rayons des sites interstitiels dans les structures CC, CFC et HC (pour HC, cas d'une structure idéale où  $c/a = 0,633$ ) [BENA91]

Élément	Co	Cr	Mo	W	C	Ni	Fe	Mn	Si
Rayon atomique (Å)	1,230	1,260	1,371	1,378	0,772	1,224	1,250	1,250	1,176
Différence de taille par rapport au cobalt (%)	-	2,44	11,46	12,03	37,24	0,49	1,63	1,63	4,39

Tableau 7 : Rayons atomiques des atomes (Å) [PAUL86].

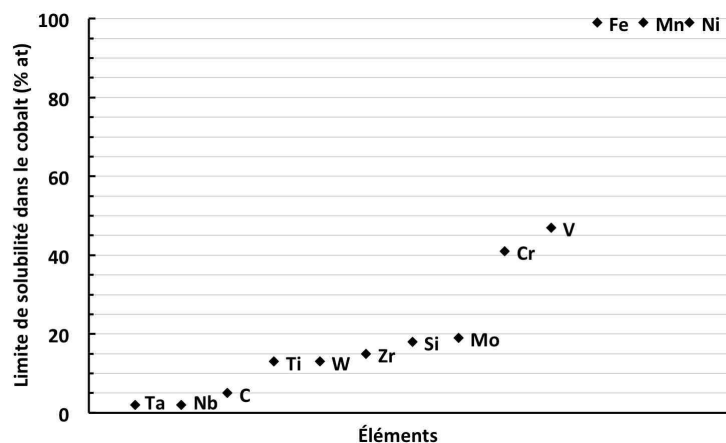


Figure 18 : Solubilité des éléments dans le cobalt [SIMS87].

## 2. 2. Précipités

Le durcissement par précipitation des Stellites est obtenu par des carbures de type  $M_xC_y$  ( $M=Cr, Mo, W, \dots$ ). La précipitation des carbures est le mode de durcissement principal des Stellites.

De manière générale, plus la teneur en carbone des Stellites est élevée, plus la dureté est importante (Tableau 4). Selon la nature et la proportion des éléments d'alliage, les précipités formés dans les Stellites varient (nature et fraction volumique). Les principaux carbures observés dans les superalliages base cobalt sont de type  $M_7C_3$  et  $M_{23}C_6$  riches en chrome et  $M_6C$  riches en molybdène [SHIN03]. La précipitation de carbures très durs fragilise les zones interdendritiques dans lesquelles ils sont localisés.

### a. Carbures primaires

Les Stellites contiennent une part importante de chrome ( $\approx 30$  %mass). Pour prévoir le type de carbures susceptibles de précipiter, on s'appuie sur le diagramme de phase Cr-C (Figure 19). Ce dernier présente trois composés définis qui sont des carbures de stœchiométries  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ,  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  et  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ , contenant respectivement 5,68 %mass, 9,00 %mass et 13,34 %mass de carbone. Les relations entre les phases sont bien connues dans les conditions d'équilibre. Cependant, pour des refroidissements rapides, tels que c'est le cas lors des rechargements, la formation de  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  n'a pas lieu. On observe alors un eutectique métastable (représenté en pointillés sur le diagramme d'équilibre Figure 19) entre le chrome et  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  [DEFR98].

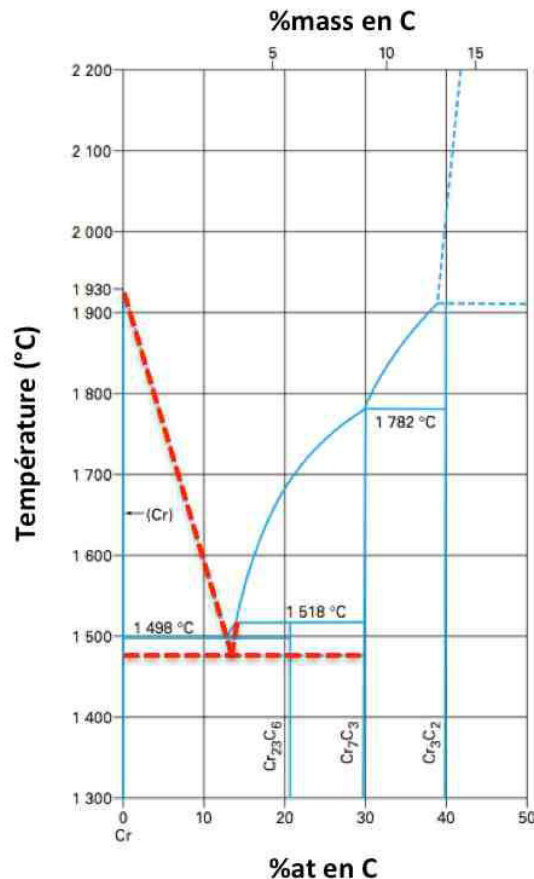


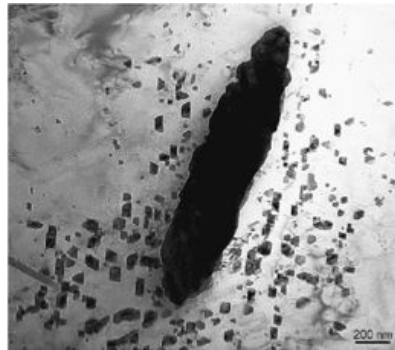
Figure 19 : Diagramme de phase chrome - carbone [DEFR98].

### b. Carbures secondaires

La précipitation de carbures secondaires autour des précipités eutectiques a été observée par Fouilland (Figure 20) [FOUI07]. L'analyse par DRX de ces particules a montré que ce sont des carbures de type  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  de structure CFC. Ces carbures secondaires ont été observés dans toutes les couches sauf la dernière déposée, pour un rechargement quatre couches de Stellite 21 déposé par procédé MIG.

Ce résultat peut être corrélé au fait que durant la solidification des rechargements base cobalt, bien que la ségrégation du chrome favorise des précipités eutectiques dans les régions interdendritiques, la vitesse de refroidissement rapide empêche la formation de carbures  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  [DEFR98]. Du chrome est ainsi partiellement retenu en solution solide saturée à la surface des zones dendritiques et peut précipiter lorsque la structure initialement formée subit un nouveau cycle thermique au cours du dépôt d'une nouvelle couche.

La précipitation secondaire a donc pour origine le rechargement en couches successives. Les carbures secondaires ne sont donc pas présents dans la dernière couche déposée. De plus, la taille des précipités secondaires (nanométrique) augmente avec l'énergie de soudage [FOUI07].



**Figure 20 : Précipitation de particules cubiques fines autour de précipités eutectiques lamellaires (MET) [FOUI07].**

Notons que des carbures secondaires peuvent également précipiter au cours des traitements thermiques de vieillissement [TAYL86]. Selon la température, les mécanismes de précipitation des carbures sont différents :

- pour  $T < 650$  °C, il n'y a pas de précipitation,
- pour  $650$  °C  $< T < 925$  °C, les carbures précipitent aux joints de grains et sur les défauts d'empilement intrinsèques (on parle de ségrégations de type Suzuki),
- pour  $T > 925$  °C les carbures précipitent sur les dislocations.

Ce changement de mode de précipitation est lié à l'augmentation de la stabilité de la matrice cobalt CFC (diminution de la densité de défaut d'empilement) avec la température et à l'amélioration de la diffusion en augmentant la température.

### **3. Influence du procédé de rechargement**

Les procédés de rechargement, essentiellement via leurs énergies linéaires de soudage spécifiques, vont conduire à :

- des vitesses de refroidissement différentes et donc des tailles de microstructures différentes,
- une dilution du substrat de base différente et donc une teneur en fer dans les rechargements différente.

#### **3. 1. Taille de microstructure**

L'étude d'Atamert [ATAM89] sur des rechargements Stellite 6 déposés par procédés MMA (Manual Metal Arc welding), TIG (Tungsten Inert Gas welding) et LASER a montré un affinement de la microstructure dans l'ordre des procédés MMA (Manual Metal Arc) > TIG (Tungsten Inert Gas) > LASER (Figure 21). Cet affinement microstructural est relié à une diminution des énergies linéaires de soudage, 920 (MMA) > 660 (TIG) > 240 J/mm (LASER) qui entraîne une augmentation des vitesses de refroidissement.



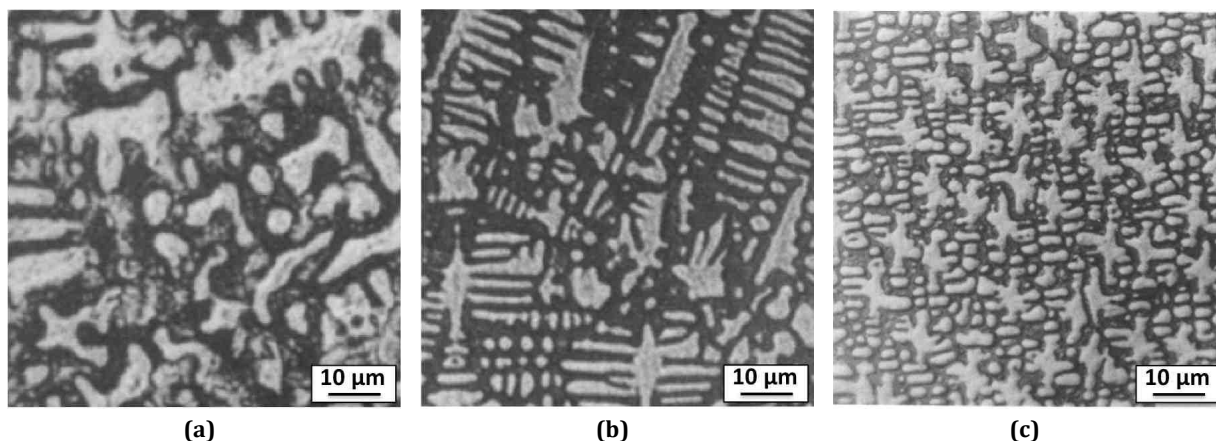


Figure 21 : Micrographies optiques illustrant l'échelle de la microstructure d'un Stellite 6 en fonction des procédés de rechargement : (a) MMA, (b) TIG et (c) LASER [ATAM89].

Atamert a associé l'affinement de la microstructure avec l'augmentation de la dureté de la matrice (micro-indentations réalisées exclusivement dans la matrice cobalt) (Figure 22). L'espacement entre les branches dendritiques primaires de la matrice est en effet plus fin pour des procédés à faible énergie linéaire de soudage (LASER plus fin que TIG et MMA). Ainsi, un rechargement Stellite 6 déposé par procédé LASER sera généralement plus dur que déposé par procédés TIG ou MMA. Cette augmentation de dureté avec un affinement de la microstructure a également été mise en évidence par Persson dans le cas de rechargements Stellite 6 et Stellite 21 déposés par procédés MIG et LASER [PERS05] :

- Stellite 6 : 550 HV en rechargement LASER contre 400 HV en rechargement MIG
- Stellite 21 : 450 HV en rechargement LASER contre 320 HV en rechargement MIG.

Une étude, qui permet de s'affranchir du facteur teneur en fer, réalisée par le fournisseur « Deloro Stellite » [DELO07] confirme également cette tendance. En effet, cette étude montre que pour un même niveau de dilution (même teneur en fer), la dureté d'une nuance de rechargement est fonction de la nature du procédé de dépôt (Figure 23).

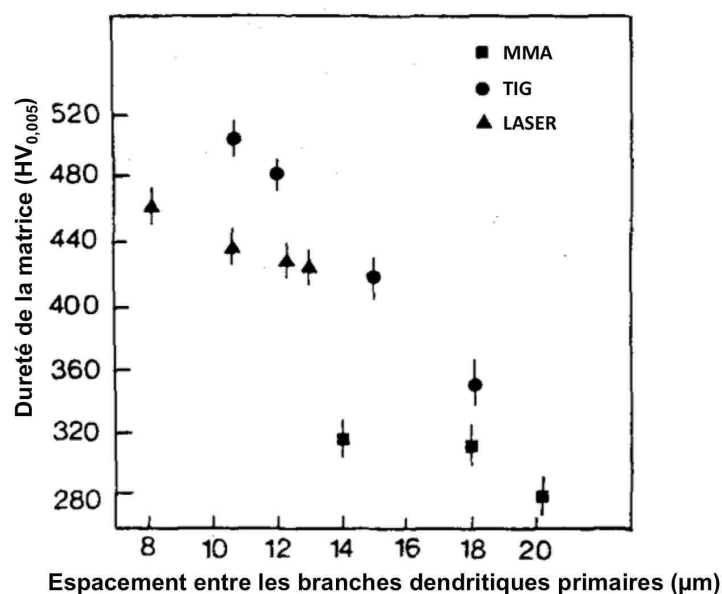


Figure 22 : Variations de dureté (HV<sub>0,005</sub>) de la matrice CFC riche en cobalt en fonction de l'espacement entre les branches dendritiques primaires [ATAM89].



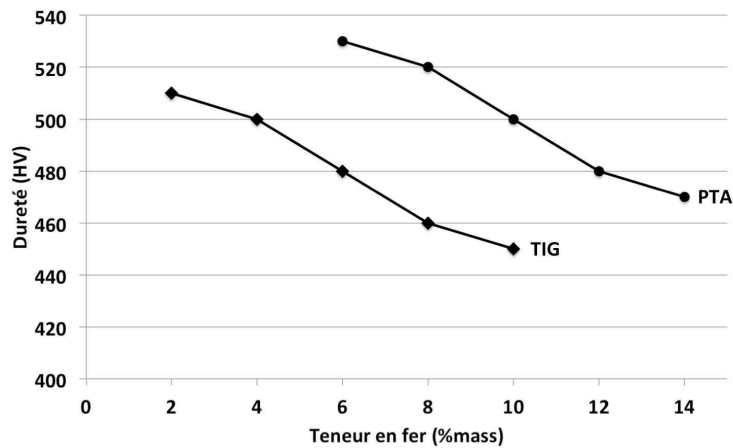


Figure 23 : Variation de la dureté (HV) en fonction de la teneur en fer pour deux procédés différents : PTA et TIG dans un rechargement Stellite 6 déposé sur un substrat en acier [DELO07].

### 3. 2. Teneur en fer

À l'état brut de soudage, Atamert a observé, à partir de coupes micrographiques, la présence de défauts d'empilement (Figure 24 : bandes sombres) dans la matrice des Stellites et noté une diminution de la densité de ces défauts lorsque la concentration en fer dans le rechargement augmente.

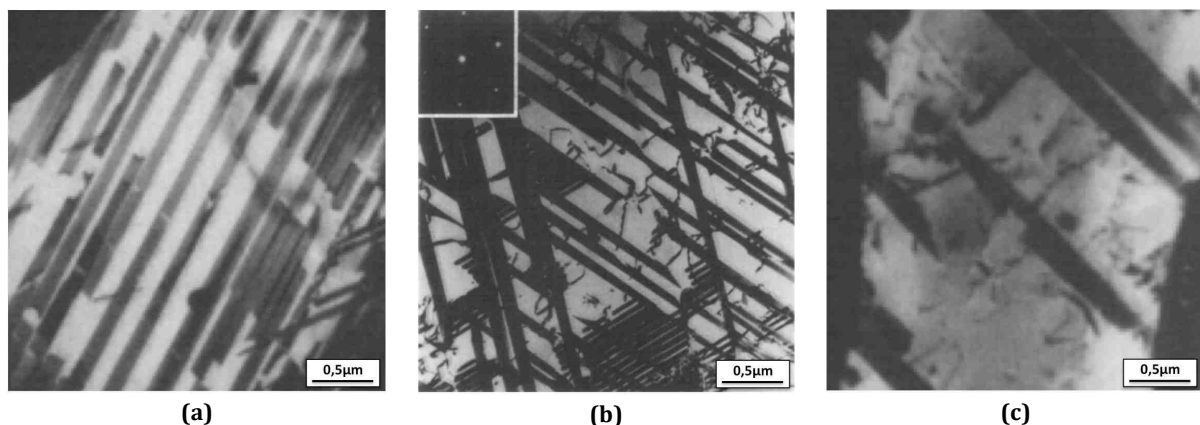


Figure 24 : Clichés MET de l'état initial de la surface d'échantillons de Stellite 6 déposés par : (a) procédé LASER\_11,7 %at-Fe, (b) procédé MMA\_12,0 %at-Fe et (c) procédé TIG\_15,8 %at-Fe [ATAM89].

Iordache et al. [IORD06] ont mis en évidence l'influence de la dilution du fer sur la microstructure des rechargements et notamment sur la fraction volumique de précipités (Figure 25). En effet, pour un rechargement quatre couches, déposé selon deux énergies linéaires de soudage différentes (8,5 kJ/cm et 13 kJ/cm), Iordache a associé la teneur en fer de chaque couche avec la fraction volumique de carbures et ainsi mis en évidence une diminution de la quantité de carbure dans les rechargements avec l'augmentation de la teneur en fer.

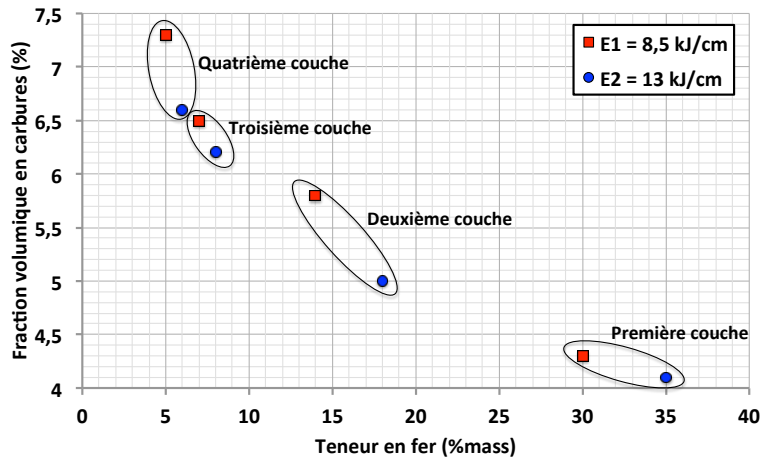


Figure 25 : Évolution de la fraction volumique en carbures en fonction de la teneur en fer dans un rechargement Stellite 21 déposé en quatre couches par procédé MIG [IORD06].

Des essais de dureté à chaud (à différentes températures comprises entre 204 °C et 760 °C) ont été réalisés par le fournisseur « Deloro Stellite » [DELO07] pour étudier l'influence de la teneur en fer (effet de la dilution) sur la dureté d'un rechargement Stellite 6. Les résultats mettent en évidence (Figure 26) :

- la diminution de la dureté avec l'augmentation de la teneur en fer, quelle que soit la température,
- la diminution de la dureté avec l'augmentation de la température, pour une teneur en fer donnée. Notons cependant que la diminution de la dureté avec l'augmentation de la température est d'autant plus importante que la teneur en fer dans le rechargement est élevée. Au-delà de 10 %mass de fer, la dureté semble être indépendante de la teneur en fer.

*En conclusion, notons que la dilution du fer doit être limitée afin que le rechargement conserve de bonnes propriétés en service à haute température.*

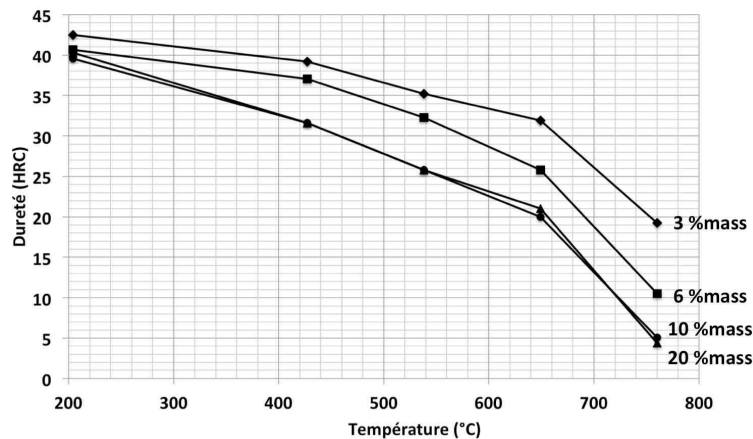


Figure 26 : Variation de la dureté (HRC) en fonction de la température d'essai (°C) pour différentes teneur en fer (%mass) dans un rechargement Stellite 6 déposé sur un substrat en acier [DELO07].

## 4. Structure cristallographique

### 4. 1. Deux formes allotropiques

Le cobalt pur peut exister sous deux formes allotropiques (Figure 27). Il cristallise dans une structure hexagonale compacte (HC,  $\epsilon$ ) de paramètres cristallins  $a = 0,2507$  nm et  $c = 0,4069$  nm en dessous de  $419$  °C et dans une structure cubique à faces centrées (CFC,  $\gamma$ ) de paramètre cristallin  $a = 0,3544$  nm entre  $419$  °C et sa température de fusion ( $1495$  °C) [HABR79].

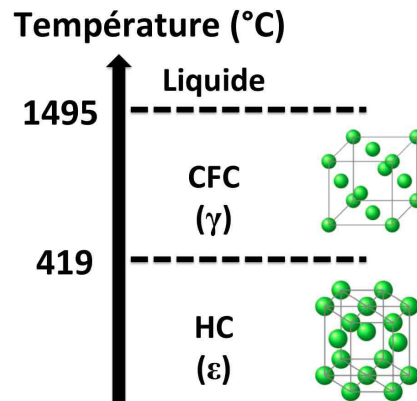


Figure 27 : Structures de cristallisation du cobalt pur en fonction de la température.

Les structures CFC et HC correspondent à un empilement compact de plans atomiques denses, respectivement des plans  $\{111\}$  et des plans  $\{0002\}$ . Elles ne diffèrent que par l'ordre d'empilement. Dans le modèle des sphères dures, les plans compacts peuvent prendre trois positions : A, B et C (Figure 28-a). Pour les structures CFC et HC, les deux premières couches sont identiques (A-B) et la troisième couche est :

- soit à l'aplomb direct des sphères de la première couche, séquence d'empilement A-B-A-B-A-... : structure HC (Figure 28-b),
- soit à l'aplomb des trous de la première couche non occupés par les sphères de la seconde couche séquence A-B-C-A-B-C-... : structure CFC (Figure 28-c).

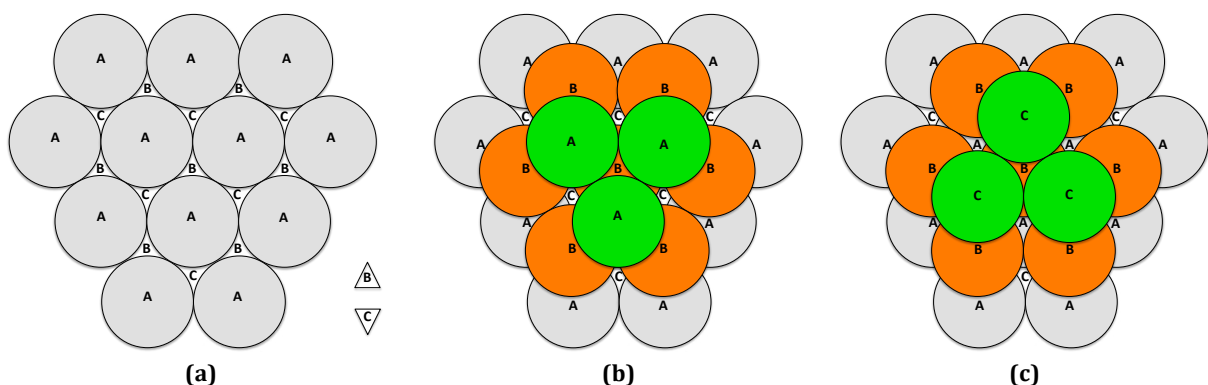


Figure 28 : Empilements compacts : (a) première couche type A et creux de types B et C, (b) empilement A-B-A de type hexagonal compact (HC,  $\epsilon$ ), (c) empilement A-B-C de type cubique à faces centrées (CFC,  $\gamma$ ).

## 4. 2. Mécanisme de transformation allotropique

La transformation allotropique CFC ( $\gamma$ )  $\rightleftharpoons$  HC ( $\epsilon$ ) du cobalt pur s'opère sans diffusion, par un processus de cisaillement [LANN54, NISH78, HABR79] : on dit qu'elle est de type martensitique. Le terme transformation « martensitique » est, à l'origine, associé à la transformation de phase qui se produit lors de la trempe des aciers : l'austénite formée à haute température se transforme en martensite par refroidissement rapide pour éviter la transformation eutectoïde par diffusion [GUEN96]. Depuis, le terme de transformation martensitique englobe un type général de transformations displacives et sans diffusion qui engendre une déformation homogène du cristal assimilable à un cisaillement. Le déplacement des atomes est ainsi généralement inférieur à la distance interatomique et sur le plan cinétique, les transformations martensitiques sont extrêmement rapides ( $\approx 10^{-4}$  s).

Notons que le cobalt ne peut se transformer que par ce mécanisme, contrairement à l'acier où la transformation martensitique ne se produit que dans le cas où elle est forcée par une trempe. Ainsi, la transformation allotropique  $\epsilon \rightleftharpoons \gamma$  du cobalt se produit toujours sans diffusion (martensitique), indépendamment de la vitesse de refroidissement ou de chauffage. Le taux de transformation allotropique du cobalt dépend tout de même du niveau de température (Figure 29) :

- au refroidissement, la transformation commence lorsque la température atteint  $M_s$  (martensite start) et s'achève lorsque la température atteint  $M_f$  (martensite finish) ;
- au chauffage, la transformation inverse commence à la température  $A_s$  (austenite start) et s'achève à la température  $A_f$  (austenite finish).

Il existe donc un domaine de transition au sein duquel il y a coexistence des deux phases avec un taux de transformation qui dépend de la température atteinte. Toute modification de température dans le domaine de transition entraîne la poursuite de la transformation par formation de nouveaux domaines de l'une ou l'autre des phases mais il n'y a pas de croissance de la phase déjà formée [CORN10]. Le suivi de la transformation par DRX [JEAN72] a montré qu'au chauffage comme au refroidissement, la transformation s'effectue dans un intervalle de 30 °C et qu'il existe une hystérésis en température entre le refroidissement et le chauffage ( $A_f - M_s$ ) de 55 °C (Figure 29). En complément, un suivi par DSC de la transformation du cobalt montre qu'elle s'accompagne d'une enthalpie de transformation d'environ  $+ 501 \pm 7$  J/mol au chauffage (transformation HC en CFC) et d'environ  $- 512 \pm 13$  J/mol au refroidissement (transformation CFC en HC) [BAUE11].

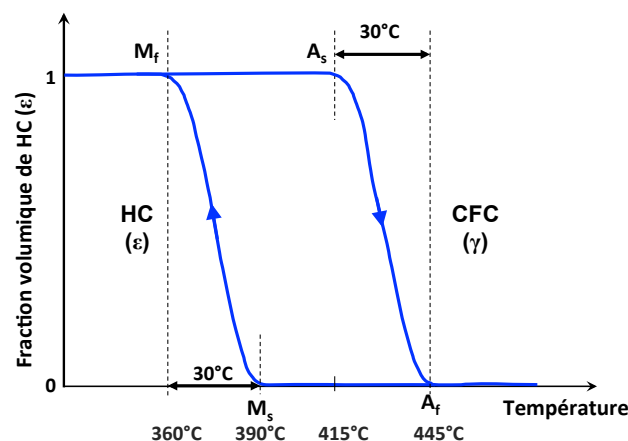


Figure 29 : Évolution de la fraction volumique de phase HC ( $\epsilon$ , « martensite ») en fonction de la température au cours du refroidissement et du chauffage, d'après [JEAN72]

D'un point de vue structural, dans le cas du cobalt ou encore dans les alliages à mémoire de forme de type Fe-Cr-Ni [OLSON76] ou de type Fe-Mn-Si [GUEN96], la transformation martensitique CFC ( $\gamma$ )  $\rightarrow$  HC ( $\epsilon$ ) correspond à un changement dans la séquence d'empilement des plans compacts qui consiste à modifier l'ordre d'empilement A-B-C-A-B-C... du système CFC en A-B-A-B-A-B... du système HC. Cela se produit par l'introduction de défauts d'empilement intrinsèques (Figure 30) de manière périodique, tous les deux plans compacts (Figure 31) [MART00]. Cette transformation résulte du glissement de dislocations partielles de Shockley qui introduisent des défauts intrinsèques constituant des embryons de phase HC. La relation d'orientation entre la structure CFC et la structure HC est donnée par l'équation de Shoji-Nichiyama :  $\{111\}_{CFC} // \{0002\}_{HC} : <1\bar{1}0>_{CFC} // <11\bar{2}0>_{HC}$ .

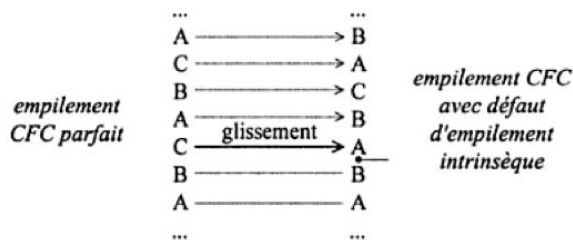


Figure 30 : Glissement de plans compacts et formation de défauts d'empilement intrinsèques [MART00].

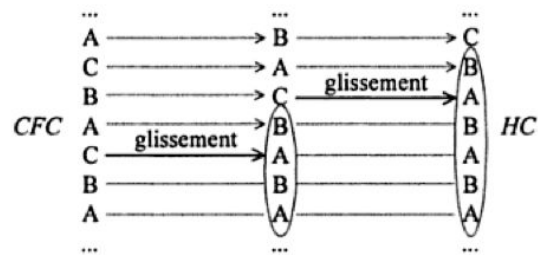


Figure 31 : Description de la transformation de la structure CFC en HC [MART00].

Chaque défaut d'empilement peut se produire suivant trois directions possibles dans le plan compact (Figure 32) : selon les types de défauts qui se produisent, on distingue trois modes de combinaison des directions de glissement des dislocations partielles de Shockley [WAIT97] :

- Mode A : toutes les dislocations partielles de Shockley ont le même vecteur de Burgers et glissent dans la même direction,
- Mode B : toutes les trois directions sont sélectionnées de façon équiprobable,
- Mode C : les directions des dislocations partielles sont complètement aléatoires.

En comparant les résultats de la littérature sur les mécanismes de la transformation martensitique thermiquement induite CFC $\leftrightarrow$ HC dans des alliages Co-Ni [WAIT97, LIU05], des alliages Co-Fe [HEIN99] ou encore dans des alliages de type FeMnSiCrNi [PUTA96, GUEN96, BERG97], il semble que les modes de transformation A et B soient compétitifs et dépendants de la composition chimique et de la microstructure (le mode C ne semble pas avoir été observé).

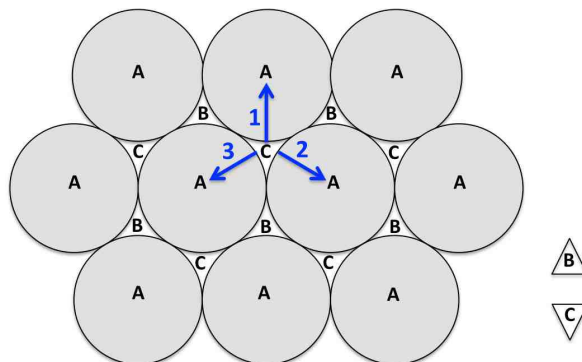


Figure 32 : Transformation de phase CFC  $\rightarrow$  HC : trois vecteurs de défaut d'empilement possibles pour transformer un plan compact de type C en plan de type A [GUEN96].

## 5. Notion d'énergie de défaut d'empilement

L'Énergie de Défaut d'Empilement (EDE) est l'énergie par unité de surface nécessaire pour créer un défaut d'empilement, elle s'exprime en  $\text{mJ}/\text{m}^2$ . Ainsi, plus l'EDE est faible, plus la création de défaut d'empilement est facilitée. L'EDE dépend du matériau de base, de la nature et de la teneur des éléments d'alliage ainsi que des paramètres de maille. Notons que l'EDE des Stellites est faible et varie de 10 à 50  $\text{mJ}/\text{m}^2$  [DEMO97].

La largeur de la bande où siègent les défauts d'empilement est inversement proportionnelle à l'EDE. Lorsque l'EDE est faible, les défauts d'empilement se produisent facilement et leur aire est étendue. Lorsque l'EDE est élevée, la formation de défauts d'empilement est difficile et les dislocations parfaites ne se dissocient pas facilement.

De nombreuses études, tant expérimentales que théoriques, ont été consacrées à la mesure de ce paramètre et à l'étude de l'effet des éléments d'alliage et de la température sur ce paramètre. Dans le cas du cobalt pur, des auteurs [ERIC66, REMY78] ont montré que l'EDE de la phase HC diminue avec la température tandis que l'EDE de la phase CFC augmente avec la température (Figure 33), donnant ainsi lieu à la transformation de phase CFC  $\leftrightarrow$  HC à la température d'équilibre. Notons finalement que l'influence de la température sur l'EDE est corrélée à la stabilité de la phase CFC par rapport à la phase HC et que la température de transformation est reliée à l'EDE du matériau : plus l'EDE est faible, plus la température de transformation est élevée.

Nous reviendrons fréquemment sur cette notion d'EDE qui a une grande importance sur le comportement mécanique des alliages métalliques.

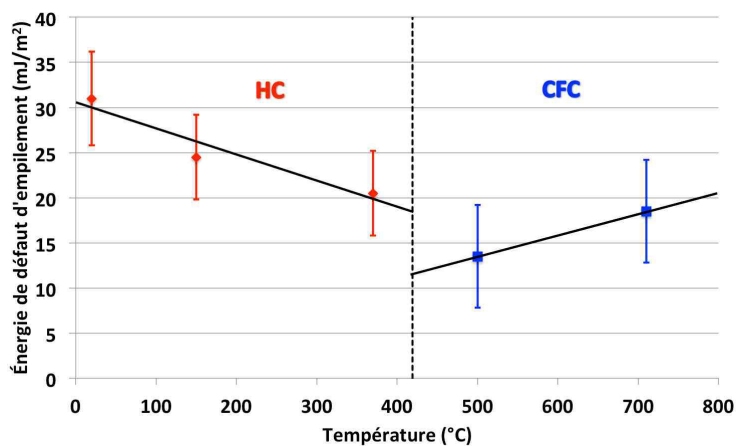


Figure 33 : Variation de l'énergie de défaut d'empilement du cobalt massif en fonction de la température [ERIC66, REMY78].

## 6. Influence des éléments d'addition sur la transformation allotropique du cobalt

Le cobalt étant essentiellement utilisé sous forme d'alliage, c'est notamment le cas de notre étude où il est utilisé sous forme d'alliage de type Stellite, il est donc important de s'intéresser à l'influence des éléments d'addition sur la transformation allotropique de la matrice.

L'EDE des Stellites est faible et varie de 10 à 50 mJ/m<sup>2</sup> [DEMO97]. Cependant, les éléments d'alliage font varier l'EDE et donc la température de transformation et modifient ainsi les domaines de stabilité des phases [DEMO97] :

- Cr, Mo, W, Si diminuent l'EDE, ils augmentent donc la température de transformation et ainsi augmentent le domaine de stabilité de la phase HC ( $\epsilon$ ) : ils sont  $\epsilon$ -gènes,
- Fe, C, Ni, Mn, Ti augmentent l'EDE, ils diminuent donc la température de transformation et ainsi ils augmentent le domaine de stabilité de la phase CFC ( $\gamma$ ) : ils sont  $\gamma$ -gènes.

L'influence des éléments d'addition sur la température de transformation CFC  $\leftrightarrow$  HC du cobalt a été synthétisée par Sims [SIMS 87] (Figure 34).

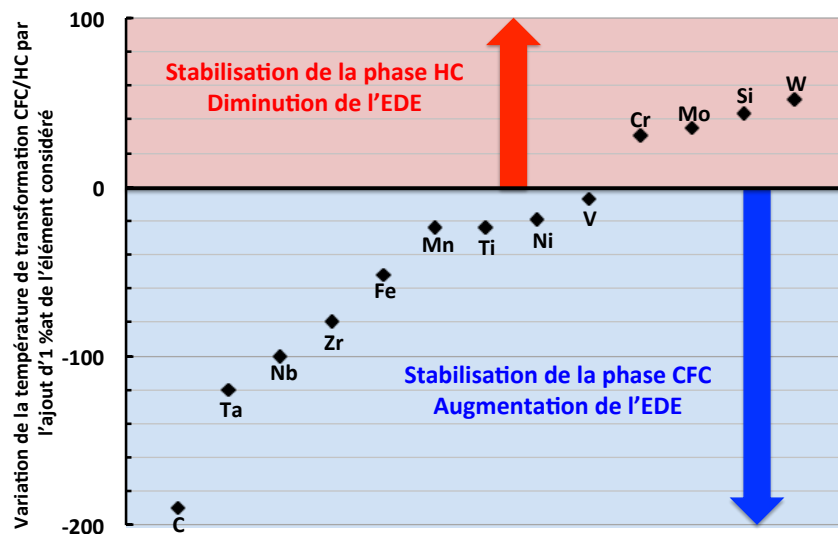


Figure 34 : Influence des éléments d'alliage sur la température de transformation allotropique du cobalt [SIMS87].

## 7. Conclusion

Les rechargements base cobalt ont une microstructure complexe constituée d'une matrice dendritique entourée par une zone interdendritique contenant des carbures. Le durcissement des rechargements Stellites est principalement assuré par la précipitation des carbures interdendritiques mais également par les éléments d'alliage en solution solide. Le cobalt présente une transformation allotropique entre une phase CFC et une phase HC. La matrice des rechargements a une structure CFC métastable du fait de la vitesse de refroidissement rapide (hors équilibre) liée aux procédés de soudage. La teneur en fer dans les rechargements (associée au phénomène de dilution) joue un rôle important sur le taux de précipitation dans les rechargements ainsi que sur leur EDE (et donc sur la transformation allotropique du cobalt).

## IV. Mécanismes de déformation plastique

La déformation plastique étant l'origine principale de l'endommagement des matrices de forgeage à chaud pour l'aéronautique, il est important de s'y intéresser en se focalisant plus particulièrement sur les mécanismes de déformation plastique dans les alliages base cobalt.

La déformation plastique des matériaux cristallins résulte de l'action simultanée de mécanismes élémentaires mettant en jeu des défauts et surtout leur mobilité à l'échelle nanométrique. La présence de défauts est inévitable et leur incidence sur les propriétés macroscopiques est considérable :

- les défauts ponctuels (lacunes, atomes en substitution ou en insertion) sont responsables des phénomènes de diffusion à l'échelle atomique et jouent donc un rôle dans la déformation plastique à haute température,
- les défauts linéaires, appelés dislocations, sont des défauts très importants étant donné que la plupart des mécanismes de plasticité sont contrôlés par le mouvement des dislocations,
- les défauts plans (joints de grains, joints de macles, défauts d'empilement) et les défauts volumiques (précipités, inclusions, pores) impactent le mouvement des dislocations, notamment en jouant le rôle d'obstacles.

Afin d'introduire les mécanismes qui gouvernent la plasticité d'un métal, on peut se référer aux cartes des mécanismes de déformation créées par Frost et Ashby [FROS82]. Ces cartes résument, pour un matériau et une taille de grain donnés, les mécanismes de plasticité prédominants en fonction de la contrainte de cisaillement, de la température et de la vitesse de déformation. De façon générale, à basse température, la déformation plastique s'effectue sans diffusion, essentiellement par glissement de dislocations parfaites ou partielles. À haute température, les mécanismes contrôlés par la diffusion peuvent être activés : montée de dislocations et diffusion de défauts ponctuels (flux d'atomes, de lacunes). La montée de dislocations favorise l'annihilation des dislocations et donc une diminution de leur densité ; on parle d'adoucissement par restauration.

Dans le cas du cobalt pur, la carte de mécanismes de déformation a été représentée par Sargent [SARG83] en compilant des données expérimentales issues de la littérature (Figure 35). Cette carte fait apparaître les domaines d'existence des phases CFC ( $\gamma$ ) et HC ( $\epsilon$ ) ainsi que des mécanismes de plasticité par glissement de dislocations (obstacle controlled glide), de fluage par montée de dislocations (power law creep) et de fluage par diffusion (diffusion creep). De plus, dans le cas d'alliages type Co-Ni-15Cr, Rémy et Pineau [REMY76] proposent une carte des mécanismes de déformation en fonction de la température ( $< 500$  K) et de la composition. Cette carte (Figure 36) permet de compléter les mécanismes de plasticité par glissement de dislocations et de fluage identifiés sur la carte de type Ashby par les mécanismes de plasticité par maillage et par transformation de phase.



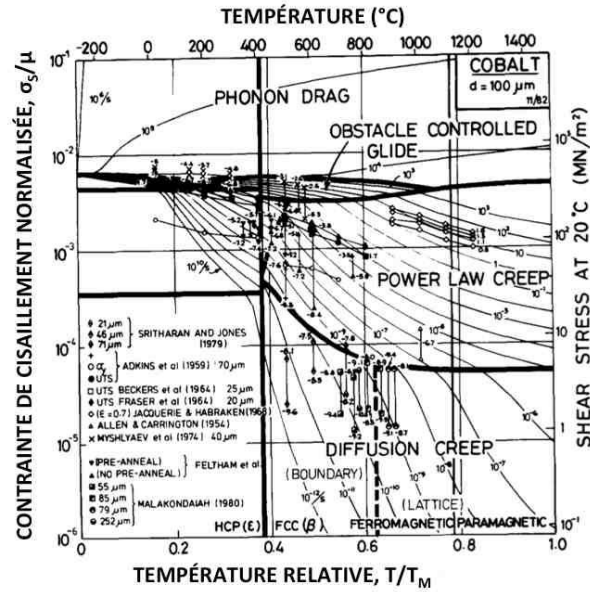


Figure 35 : Carte des mécanismes de déformation du cobalt pur avec une taille de grain de 100 µm en fonction de la contrainte de cisaillement normalisée ( $\mu$  : module de cisaillement) et de la température relative ( $T_M$  : température de fusion). Les lignes d'iso-vitesses de déformation sont séparées les unes des autres d'un facteur 10 [SARG83].

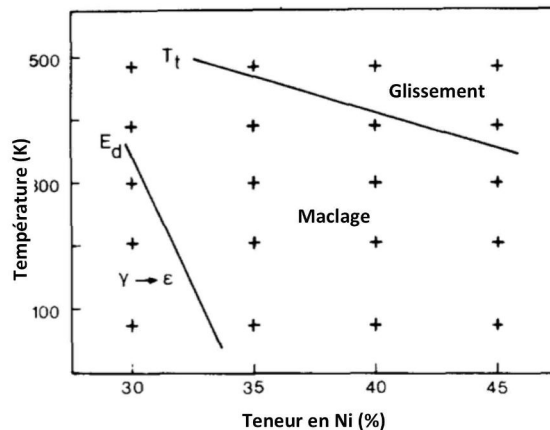


Figure 36 : Mécanismes de déformation dans un alliage ternaire Co-Ni-15Cr en fonction de la température et de la composition,  $E_d$  représente la température maximale à laquelle la transformation  $\gamma \rightarrow \epsilon$  peut être induite au cours d'un essai de traction et  $T_t$  représente la température maximale à laquelle le maillage est observé avant la striction des éprouvettes de traction [REMY76].

Dans la suite de cette partie, les mécanismes de déformation par glissement des dislocations ainsi que par maillage sont décrits et développés en particulier pour le cas des alliages base cobalt. De plus, les interactions entre déformation plastique et transformation de phase seront présentées et discutées.

## 1. Glissement des dislocations

Le glissement des dislocations est le principal mécanisme de déformation plastique. Il correspond au mouvement progressif (de proche en proche) d'une dislocation et s'effectue en n'impliquant que peu de liaisons interatomiques à chaque étape, cela nécessite moins d'efforts qu'un glissement instantané d'un bloc d'atomes sur un autre. La déformation élémentaire

propagée lors du déplacement d'une dislocation est caractérisée par une grandeur vectorielle : le vecteur de Burgers ( $\vec{b}$ ).

### 1. 1. Systèmes de glissement

On parle de système de glissement pour définir la combinaison d'un plan et d'une direction de glissement donnés. Le glissement des dislocations se produit préférentiellement dans les plans de plus grande densité atomique (déformation minimale) et dans les directions cristallographiques les plus denses (force de frottement minimale) du réseau de Bravais (Tableau 8). Ainsi, le nombre de systèmes de glissement faciles varie en fonction de la structure cristallographique.

Dans le cadre de nos travaux, les rechargements étudiés (Stellite) présentent une matrice qui peut être CFC ou HC (deux formes allotropiques du cobalt).

Le système CFC présente douze systèmes de glissement. En effet, la maille CFC présente quatre plans denses {111} ayant chacun trois directions denses  $\langle 110 \rangle$  (Figure 37).

La structure HC compte cinq systèmes de glissement répartis sur quatre plans de glissement différents (Figure 38), les trois premiers ont la même direction de glissement  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  et seuls les deux derniers possèdent une composante de glissement hors du plan basal ( $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ ). Le système de glissement activé varie en fonction du matériau considéré, il dépend généralement du ratio  $c/a$ . Legrand [LEGR84] a synthétisé les résultats de la littérature concernant les valeurs de  $c/a$  et les différents systèmes principaux et secondaires pour les matériaux hexagonaux (Tableau 9). On constate que le système de glissement principal est basal ou prismatique et que les glissements pyramidaux ne correspondent qu'à des systèmes de glissement secondaires. De plus, pour un rapport  $c/a \leq 1,593$ , le système de glissement principal est prismatique (sauf pour le béryllium), pour un rapport  $c/a \geq 1,624$  il est basal, et pour un rapport  $1,593 < c/a < 1,624$  les deux systèmes sont observés.

En conclusion, notons que pour le cobalt, la maille HC ( $c/a = 1,624$ ) ne possède que trois systèmes de glissement faciles (plan basal) alors que la maille CFC en possède douze. Ainsi, la déformation plastique du cobalt par glissement des dislocations est plus difficile dans la structure HC que dans la structure CFC.

Structure	Système de glissement			Vecteur de Burgers	Exemple
	Plan	Direction	Nombre		
CFC	{111}	$\langle 110 \rangle$	12	$\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$	Cu, Al, Fe $\gamma$ , Ni
CC	{110}	$\langle 1\bar{1}1 \rangle$	12	$\frac{a}{2} \langle 111 \rangle$	Fe $\alpha$ , Mo, W
	{112}	$\langle 1\bar{1}1 \rangle$	12	$\frac{a}{2} \langle 111 \rangle$	
	{123}	$\langle 1\bar{1}1 \rangle$	24	$\frac{a}{2} \langle 111 \rangle$	
HC	{0002} Basal (B)	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	$\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	Ti, Mg, Be, Zn
	{10 $\bar{1}$ 0} Prismatique (P)	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	$\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	
	{10 $\bar{1}$ 1} Pyramidal 1 ( $\pi_1$ )	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$ et $\langle 11\bar{2}3 \rangle$	6  6	$\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$  et $\frac{a}{3} \langle 1123 \rangle$	
		{11 $\bar{2}$ 2} Pyramidal 2 ( $\pi_2$ )	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	6	

Tableau 8 : Systèmes de glissement dans les structures métalliques [PHIL02].

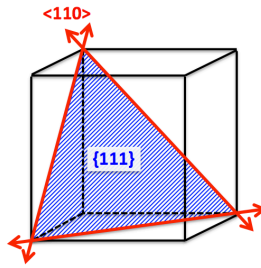


Figure 37 : Systèmes de glissement dans la structure CFC.

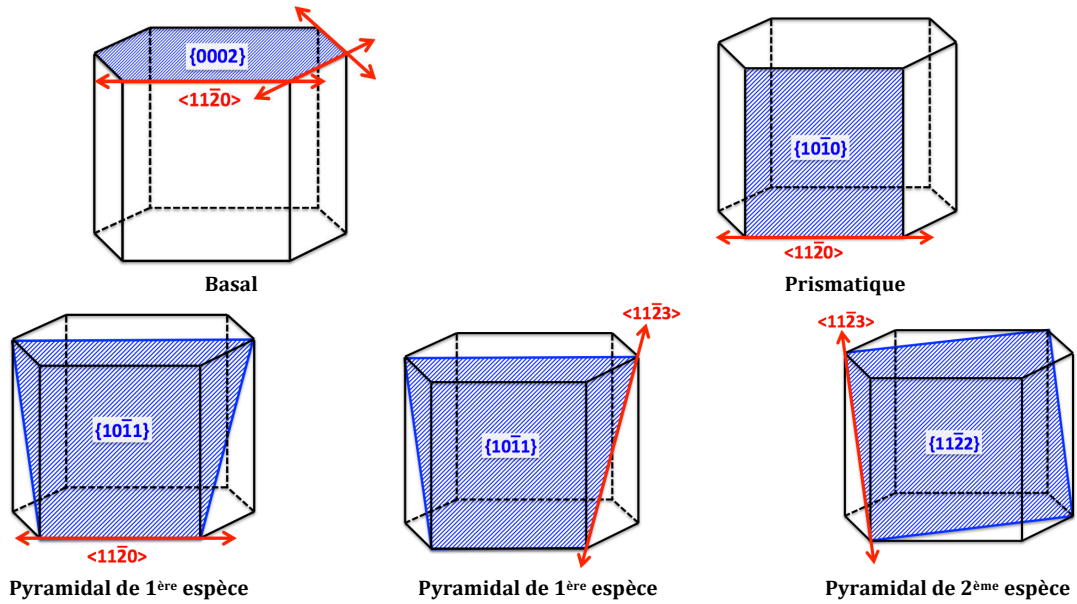


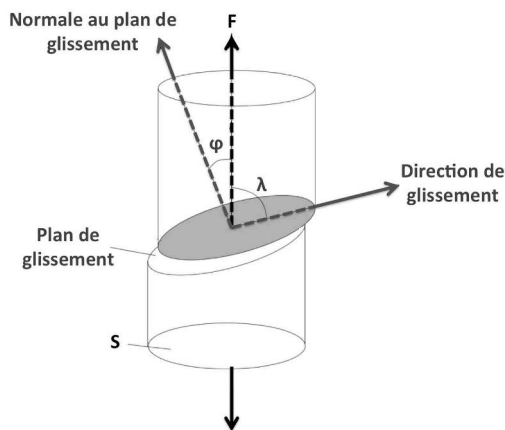
Figure 38 : Systèmes de glissement dans la structure HC.

Élément	c/a	Mode principal	Mode secondaire
Cd	1,886	B	$\pi_1, \pi_2, P$
Zn	1,856	B	$\pi_2, P$
Mg	1,624	B	$\pi_2, P$
Co	1,624	B	$\pi_2$
Re	1,615	B, P	
Tl	1,598	P, B	
Zr	1,593	P	$\pi_1, B, \pi_2$
Gd	1,590	P	
Ti	1,588	P	$\pi_1, B, \pi_2$
Ru	1,582	P	
Tb	1,581	P	B
Hf	1,581	P	B, $\pi_2$
Dy	1,573	P	B
Er	1,570	P	B
Y	1,571	P	B
Be	1,568	B	P, $\pi_2$

Tableau 9 : Ratio c/a et modes de glissement principaux et secondaires pour les différents métaux hexagonaux (B : basal, P : prismatique,  $\pi_1$  : pyramidal de première espèce et  $\pi_2$  : pyramidal de seconde espèce) [LEGR84].

## 1. 2. Activation du glissement : facteur de Schmid et contrainte critique de cisaillement résolue

Afin d'identifier le système de glissement pouvant s'activer préférentiellement, il est nécessaire de calculer la contrainte appliquée aux différents systèmes de glissement en fonction de leur orientation par rapport à la sollicitation. Pour cela, considérons le cas d'un monocristal sollicité en traction par une force  $F$  appliquée selon l'axe du monocristal cylindrique (Figure 39). La contrainte appliquée au cylindre vaut  $\sigma = F/S$ , avec  $S$  la section du cylindre. Dans le plan de glissement, la force  $F$  possède une composante  $F' = F \cdot \cos(\lambda)$ , avec  $\lambda$  l'angle entre la direction de la force appliquée et la direction de glissement. La section dans le plan de glissement s'exprime selon  $S' = S/\cos(\varphi)$  avec  $\varphi$  l'angle entre la normale au plan de glissement et la direction de la force appliquée. Ainsi, la contrainte appliquée dans un système de glissement considéré, appelée cission projetée ou cission résolue, s'écrit selon l'Équation 4. Le produit  $\cos(\lambda) \cdot \cos(\varphi)$ , compris entre 0 et 0,5, est appelé facteur de Schmid et d'après la loi de Schmid et Boas : « le système de glissement activé est celui qui possède le facteur de Schmid le plus élevé ».



$$\tau_c = \frac{F'}{S'} = \frac{F}{S} \cdot \cos(\lambda) \cdot \cos(\varphi)$$

Figure 39 : Déformation plastique d'un monocristal cylindrique.

Équation 4 : Calcul de la contrainte appliquée ( $\tau_c$ ) sur un système de glissement donné, d'après la loi de Schmid et Boas.

Le glissement d'une dislocation sur un système de glissement favorablement orienté par rapport à la sollicitation est initié dès que la contrainte qui lui est appliquée ( $\tau_c$ ) atteint sa contrainte critique de cisaillement résolue ( $\tau_{CRSS}$ , en anglais CRSS pour critical resolved shear stress). Chaque système de glissement possède sa propre  $\tau_{CRSS}$  qui indique la facilité pour que le glissement se passe dans tel ou tel système. Si plusieurs systèmes de glissement sont en positions favorables pour être activés, c'est le système dont la  $\tau_{CRSS}$  sera atteinte en premier qui sera activé.

## 1. 3. Influence de l'énergie de défaut d'empilement

L'EDE est également un facteur important à considérer concernant le mécanisme de déformation plastique par glissement de dislocations. En effet :

- une faible EDE (de l'ordre de 25 mJ/m<sup>2</sup>) induit de larges défauts d'empilement qui rendent le glissement dévié et la montée de dislocations difficiles : la mobilité des dislocations est faible. Ainsi, d'autres mécanismes de plasticité peuvent être activés.

- une forte EDE (de l'ordre de 250-300 mJ/m<sup>2</sup>) défavorise la dissociation des dislocations parfaites en dislocations partielles et favorise donc le glissement dévié (augmentation de la mobilité des dislocations). Le matériau se déforme préférentiellement par glissement des dislocations.

Ainsi, l'EDE est un bon indicateur de la tendance au glissement dévié et donc de la mobilité des dislocations. Dans les métaux CFC purs, l'EDE varie d'environ 15 mJ/m<sup>2</sup> à 200 mJ/m<sup>2</sup>, quelques valeurs sont présentées dans le Tableau 10 [SMAL62].

Matériau	Ag	Au	Cu	Co	Al	Ni
EDE (mJ/m <sup>2</sup> )	16	30	40	50	135	200

Tableau 10 : Ordre de grandeur de l'énergie de défaut d'empilement caractéristique de quelques métaux CFC purs [SMAL62].

Dans certaines conditions, le glissement de dislocations n'est pas favorisé (faible nombre de systèmes de glissement, faible EDE) et pour accommoder la déformation, le réseau cristallographique se cisaille par d'autres mécanismes : maclage ou transformation de phase.

## 2. Maclage

Sous l'action de certaines sollicitations, le maclage peut s'activer pour pallier le manque de systèmes de glissement, voire même être le seul mode de déformation possible dans certaines orientations, pour accommoder la déformation. Le maclage est un mécanisme de déformation plastique courant dans les métaux qui possèdent peu de systèmes de glissement (cas des hexagonaux) pour compléter la déformation par glissement des dislocations. Par exemple dans les alliages de titane (Ti- $\alpha$ : HC), le maclage est fréquemment observé en compression lors des déformations à basses températures ou à fortes vitesses [NEMA99].

Lors du maclage, une partie du cristal bascule dans une nouvelle orientation (position symétrique) en conservant la structure du réseau (Figure 40). Le maclage qui met en jeu toute une tranche du cristal est donc un mécanisme beaucoup plus compliqué que le glissement de dislocations qui ne concerne qu'un seul plan du cristal.

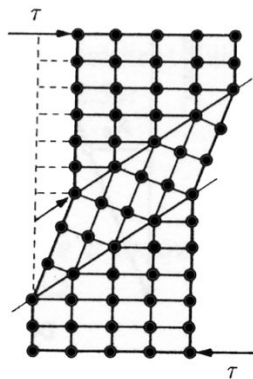


Figure 40 : Mécanisme de déformation plastique par maclage.

Une macle est caractérisée par plusieurs éléments géométriques (Figure 41) [CHRI95, ROTH14]. Le cisaillement de maclage se produit dans le plan de maclage «  $K_1$  », plan de symétrie invariant, selon la direction de maclage «  $\eta_1$  ». Au cours du maclage, le plan conjugué «  $K_2$  » contenant la direction conjuguée «  $\eta_2$  » subit un cisaillement d'amplitude «  $s$  ». Le plan «  $K_2$  » devient alors «  $K_2^S$  » contenant la direction «  $\eta_2^S$  » en conservant sa structure cristallographique.

Les directions  $\eta_1$ ,  $\eta_2$  et  $\eta_2^s$  appartiennent au plan de cisaillement « P ». De façon similaire au glissement des dislocations, une macle est habituellement désignée par son plan  $K_1$  et sa direction  $\eta_1$ .

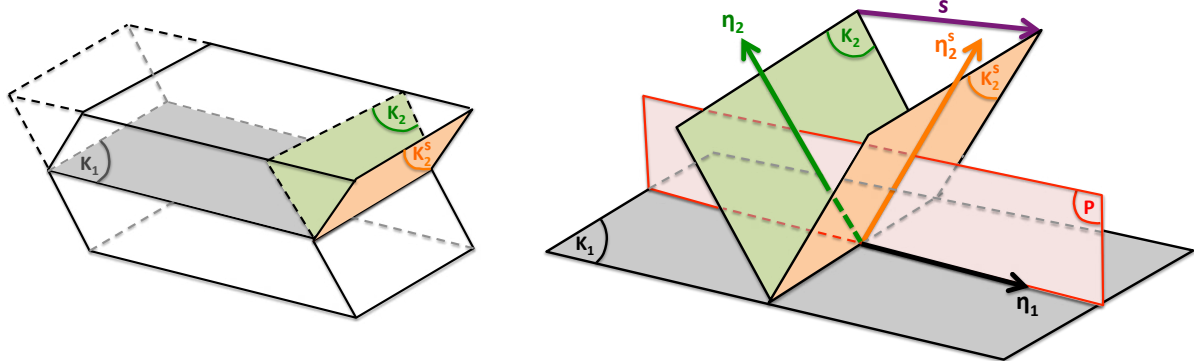


Figure 41 : Schéma des plans et directions intervenant dans le maillage.

Au niveau atomique, dans les structures CFC, la formation de macles se produit par le passage de dislocations partielles de Shockley introduisant des défauts d'empilement intrinsèques tous les plans  $\{111\}$ . Comme décrit précédemment, dans le paragraphe III.4.2, la transformation martensitique CFC  $\rightarrow$  HC, se produit par le passage de dislocations partielles de Shockley introduisant des défauts d'empilement intrinsèques tous les deux plans  $\{111\}$ . Ainsi, du point de vue cristallographique, le maillage et la transformation martensitique présentent une grande parenté. Aussi, dans certains alliages la déformation plastique peut s'accompagner de transformation martensitique, qui constitue un mécanisme de déformation compétitif du glissement [BENA91]. Ce dernier point fait l'objet du paragraphe suivant.

### 3. Déformation plastique et transformation de phase

La transformation de phase induite par déformation plastique se rencontre sur différents types de matériaux tels que les aciers austénitiques TRIP (TRansformation Induced Plasticity), les alliages à mémoire de forme (TiNi, CuZnAl, CuAlNi) ou encore les alliages base cobalt qui vont nous intéresser plus particulièrement dans le cadre de cette étude. Revenons sur la notion d'énergie de défaut d'empilement (EDE) qui joue un rôle déterminant sur les mécanismes de déformation. Plus l'EDE diminue plus la distance de dissociation entre les dislocations partielles augmente et par conséquent plus le glissement dévié est difficile. Par exemple, dans le cas des aciers de type austénitique Fe-Mn-C, une diminution de la teneur en manganèse et en carbone va induire une diminution de l'EDE (Figure 42) et définir, pour ces aciers, des domaines dans lesquels les différents mécanismes sont activés tour à tour. Ainsi, la transformation martensitique thermique (induite lors de la trempe) se produit lorsque l'EDE est inférieure à  $18 \text{ mJ.m}^{-2}$  et la transformation martensitique mécanique (induite par déformation) se produit pour les EDE globalement comprises entre  $18$  et  $35 \text{ J.m}^{-2}$  [ALLA04]. De même pour un alliage base cobalt de type Co-Ni-Cr-Mo, Rémy et al. ont montré une évolution des mécanismes de déformation en fonction de l'EDE (Figure 43) [REMY76]. De façon générale, lorsque l'EDE diminue, les modes de déformation dominants évoluent progressivement dans l'ordre :

- glissement des dislocations,
- maillage mécanique,
- transformation martensitique mécanique.

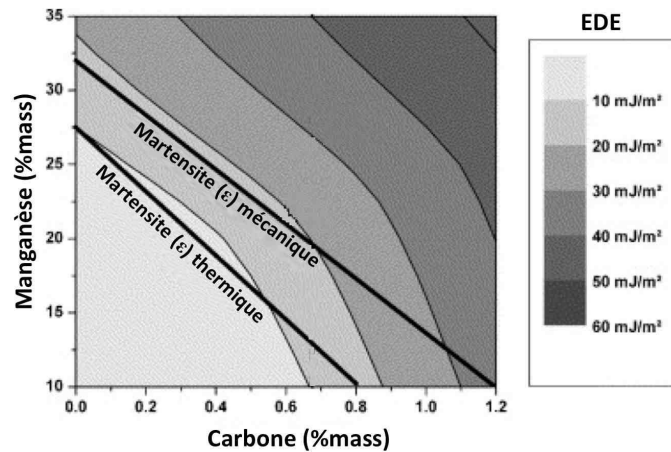


Figure 42 : Lignes iso-EDE dans le diagramme C / Mn d'un acier austénitique Fe-Mn-C à température ambiante et limites supérieures des domaines de transformation martensitique thermique (cas où la martensite est induite lors de la trempe à partir d'une température supérieure) et de transformation martensitique mécanique (cas où la martensite est induite par déformation) [ALLA04].

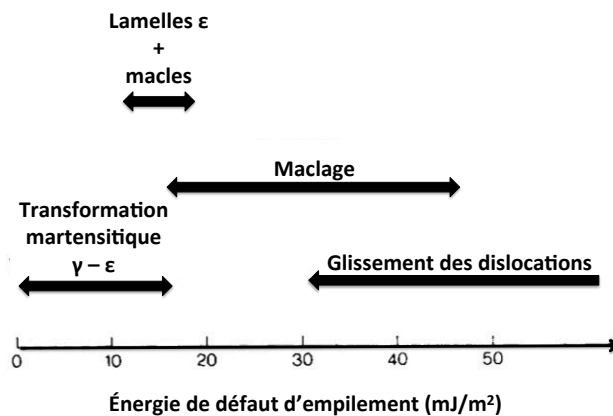


Figure 43 : Structures de déformation observées proche de la température ambiante en fonction de l'EDE pour un alliage de type Co-Ni-Cr-Mo [REMY76].

#### 4. Mécanisme de transformation de phase CFC en HC via les défauts d'empilement

Dans la structure CFC, les dislocations parfaites ont un vecteur de Burger  $\vec{b} = \frac{a}{2} \langle 110 \rangle$  (avec  $a$  le paramètre de maille) et se déplacent préférentiellement dans les plans compacts  $\{111\}$ . Ces dislocations peuvent diminuer leur énergie en se dissociant en dislocations partielles de Shockley selon l'Équation 5.

En effet, l'énergie d'une ligne de dislocation est proportionnelle au carré de la norme de son vecteur de Burgers et lors de la dissociation, on a bien  $\frac{a^2}{2} > \frac{a^2}{6} + \frac{a^2}{6} = \frac{a^2}{3}$ . Les défauts d'empilement sont alors formés dans les bandes qui séparent les deux dislocations partielles appelées partielles de tête et de queue (Figure 44). Pour la structure CFC, les possibilités de dissociations sont représentées sur le tétraèdre de Thompson (Figure 45) [THOM53] : les faces du tétraèdre représentent les plans de glissement  $\{111\}$ , les arêtes donnent les vecteurs de burgers des dislocations parfaites ( $a/2 \langle 110 \rangle$ ) et les segments joignant les sommets au centre des faces sont les partielles dites de Shockley ( $a/6 \langle 211 \rangle$ ).

$$\frac{a}{2} \langle 110 \rangle \rightarrow \frac{a}{6} \langle 211 \rangle + DE + \frac{a}{6} \langle \bar{1}\bar{2}1 \rangle$$

Équation 5 : Équation de dissociation d'une dislocation parfaite en dislocations partielles avec création d'un défaut d'empilement (DE) dans une structure CFC (avec a le paramètre de maille).

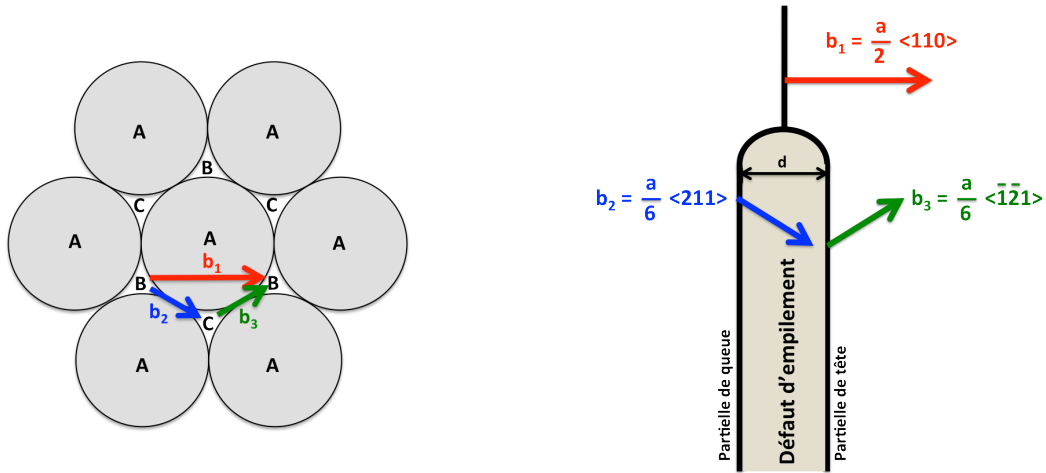


Figure 44. : Dissociation d'une dislocation parfaite ( $b_1$ ) en deux dislocations partielles de Shockley ( $b_2$  et  $b_3$ ) dans la structure CFC.

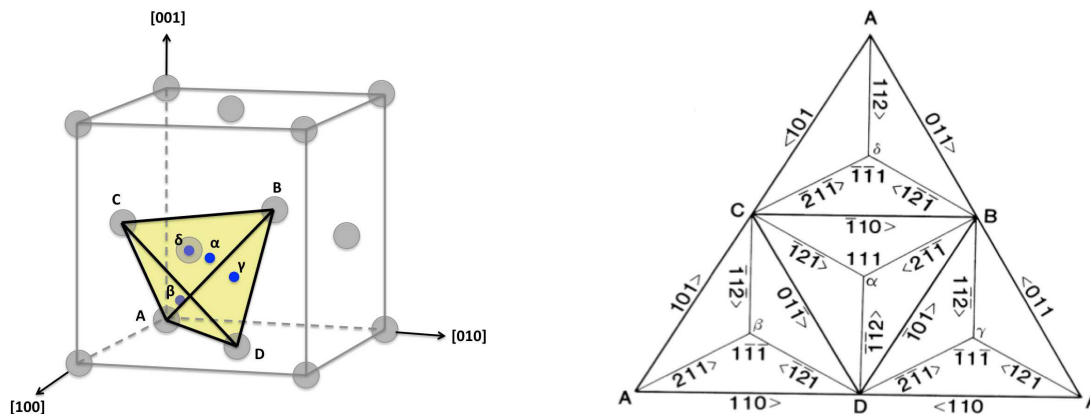
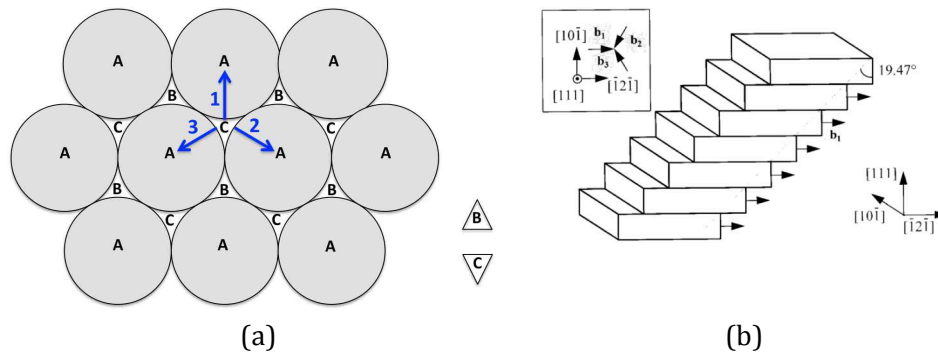


Figure 45 : Tétrahédre de Thompson [THOM53].

Chaque défaut d'empilement peut se faire suivant trois directions possibles dans le plan compact (Figure 46-a). Dans le cas de la transformation de phase induite par déformation, un seul type de défaut est généralement favorisé et une déformation homogène de l'ordre de 35% en découle [GUEN96] (Figure 46-b). Bergeon a montré, dans le cas d'un alliage à mémoire de forme Fe-Mn-Si-Cr-Ni, que la phase HC induite par déformation plastique apparaît sous la forme de fines bandes distribuées uniformément à l'intérieur des grains [BERG97]. De plus, Bergeon [BERG97] a montré que l'augmentation de l'épaisseur des bandes ne résulte pas de la croissance latérale des bandes de phases HC mais de la nucléation de nouvelles bandes à proximité des bandes déjà existantes.





**Figure 46 : Transformation de phase CFC  $\rightarrow$  HC : (a) trois vecteurs de défaut d'empilement possibles pour transformer un plan compact de type C en plan de type A [GUEN96], (b) cas où tous les défauts d'empilement se créent dans la même direction [BERG97].**

## 5. Conclusion

Les deux structures du cobalt, CFC et HC, ont un nombre de systèmes de glissement faciles respectivement de 12 et de 3. La structure HC est donc plus difficile à déformer par glissement des dislocations que la structure CFC. L'EDE a également une influence sur le mécanisme de déformation plastique par glissement des dislocations, car elle régit la dissociation des dislocations parfaites en partielles (largeur des défauts d'empilement) qui peut diminuer la mobilité des dislocations. Les mécanismes de déformation plastique par maillage et par transformation de phase peuvent s'activer lorsque la mobilité des dislocations est faible.

## V. Comportement tribologique des rechargements

Plusieurs auteurs se sont intéressés au comportement tribologique de rechargements de type Stellite (Tableau 11). Les études portent essentiellement sur l'amélioration de leur usinabilité et sur leur comportement sous sollicitations « extrêmes » (matrçage à chaud) [KASH07], [BONN10], [FOUI09]. Les deux principaux domaines d'application industrielle concernés par ces études sont des applications nécessitant une bonne résistance à l'usure de ces rechargements pour des charges et des températures élevées, comme le forgeage à chaud [FEKI10] et les applications de valves dans le domaine du nucléaire [PERS05].

Notons que les principaux moyens d'essais utilisés dans l'étude du comportement tribologique des rechargements sont des tribomètres de type pion-disque (Figure 47) avec ou sans particules abrasives dans le contact. Le principe du tribomètre pion-disque, est de positionner le pion (ou la bille) perpendiculairement au disque et de mettre l'un ou l'autre des deux antagonistes en mouvement de rotation continue autour du centre du disque afin de créer une trace d'usure. Le chargement normal au contact est généralement appliqué à l'aide de masses mortes.

Sur ce type de tribomètre, selon les auteurs, les charges appliquées varient de 4,5 N à 48 N et les vitesses de glissement de 0,25 à 0,6 m/s sur plusieurs dizaines de mètres. Les essais ont été essentiellement conduits à température ambiante, sauf pour Kashani [KASH07] qui effectue des essais à différentes températures sans indiquer les moyens de chauffage et de contrôle de la température utilisés.

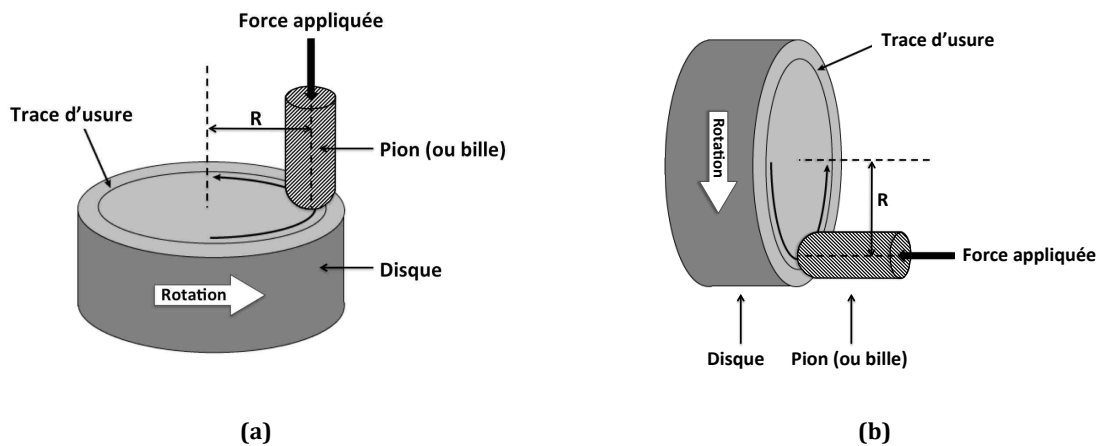


Figure 47 : Schémas de tribomètres pion-disque : (a) « classique » et (b) « abrasion ».

Iordache et al. [IORD06, FOU109] ont réalisé des rechargements Stellite 21 par soudage à l'arc (MIG) et ont étudié le comportement tribo-métallurgique de ces rechargements dans l'objectif de comprendre leurs mécanismes d'usure afin d'améliorer l'usinabilité et de prévoir leur comportement en service. Ils ont également examiné la relation entre les paramètres de soudage, le taux de dilution et l'aptitude au durcissement des couches sous sollicitations tribologiques. L'application industrielle associée à cette étude est le rechargement d'outillages de forgeage à chaud.

Kashani [KASH08] a regardé l'influence de la dilution du fer dans des rechargements Stellite 21 sur la transformation martensitique et le durcissement, à température ambiante. La dilution du fer est obtenue par l'ajout de couches successives sur le substrat. Il a également étudié l'influence de la température d'essai sur le comportement à l'usure et la transformation de phase du Stellite 21 [KASH08]. Son collègue Farhani [FARH06] s'était plus particulièrement intéressé au comportement du Stellite 21 sur presse industrielle de matrice de forge à chaud du secteur d'activité de l'automobile (grand nombre de coups).

Persson et al. [PERS05] ont étudié le comportement tribologique de rechargements Stellite, pour des contacts glissants sous fortes pressions de contact (2 GPa), dans l'objectif d'expliquer les mécanismes responsables de leurs bonnes performances tribologiques (faible coefficient de frottement, bonne résistance à l'usure et à la corrosion à chaud) et de proposer un modèle physique permettant d'aider au développement de nouveaux alliages de type Stellite ou d'alliages alternatifs sans cobalt. La problématique industrielle sous-jacente à ces travaux est le développement de rechargements sans cobalt pour remplacer les rechargements Stellite des portées d'étanchéité d'organes de robinetterie (notamment des valves) dans l'industrie nucléaire. En effet, du fait de l'usure des rechargements Stellite, des traces d'isotopes  $^{60}\text{Co}$  radioactifs se propagent dans le réacteur et rendent certaines opérations de maintenance potentiellement dangereuses. Les auteurs ont utilisé un tribomètre appelé « load-scanner » pour simuler le cisaillement des valves. Le principe du « load-scanner » ainsi que la géométrie des échantillons sont présentés sur la Figure 48. Ce moyen d'essai permet une large gamme de chargement en un seul essai, d'où son nom « load-scanner » : les deux surfaces cylindriques (rayon de 2 mm) glissent l'une sur l'autre avec une augmentation continue du chargement. Persson a principalement travaillé sur des rechargements Stellite 21 déposés par procédé LASER.

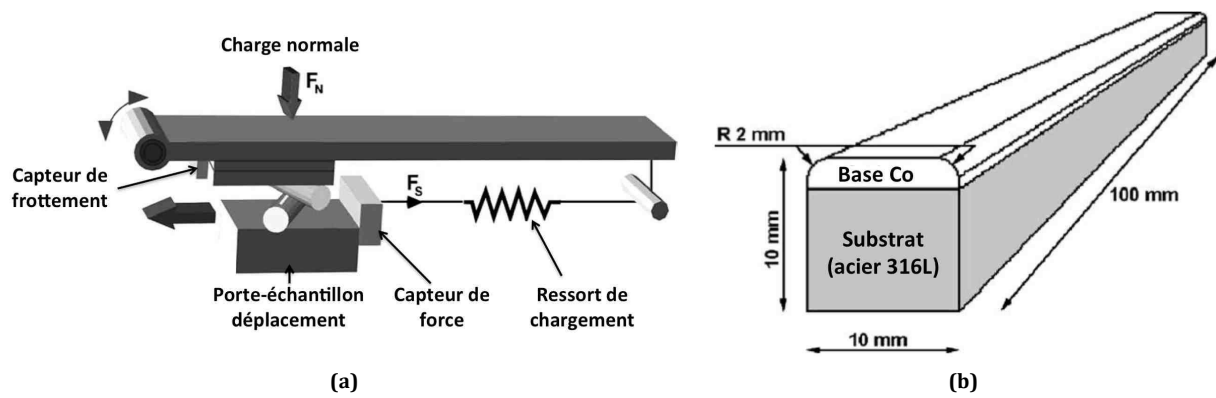


Figure 48 : Tribomètre "load-scanner": (a) schéma de principe, (b) schéma des échantillons [PERS03-2].

Les résultats et interprétations des différents auteurs sont développés par la suite selon quatre thèmes qui sont :

- la variation de la dureté, ou l'écroissage, après essai tribologique,
- la transformation de phase sous sollicitations tribologiques,
- la résistance à l'usure abrasive,
- l'évolution du coefficient de frottement.

Équipes/ Auteurs	Matériaux Procédés	Moyens d'essais	Paramètres d'essais	Objectifs de l'étude	Domaines d'application
<b>L. Iordache</b> [IORD06] <b>L. Fouilland</b> [FOUI09]	<b>Stellite 21</b> : rechargements 4 couches, les essais sont réalisés sur la première (350 HV) et dernière couche (375 HV) déposées, après élimination mécanique du substrat <b>Procédé : MIG</b>	<b>Bille – disque</b> <u>Bille</u> : $\Phi$ : 6 mm, WC <u>Disque</u> : Rechargement Stellite 21	Vg = 0,25 m/s ; F = 7 N ; Pmax = 1,8 GPa ; D = jusqu'au grippage ; Pas de lubrification ; T = ambiante.	Relation entre les paramètres d'élaboration et la microstructure. Comprendre les mécanismes d'usure afin d'améliorer l'usinabilité et de prévoir le comportement en service.	Forgeage à chaud
<b>Kashani</b> [KASH06, KASH07, KASH08] <b>Farhani</b> [FARH06]	<b>Stellite 6</b> : après usinage, l'épaisseur moyenne de rechargement est de 5 mm (3 couches) et la dureté moyenne de 480 HV ; <b>Stellite 21</b> : après usinage, l'épaisseur moyenne de rechargement est de 5 mm (3 couches) et la dureté moyenne de 350 HV. <b>Procédé : TIG</b>	<b>Pion plan – disque</b> <u>Pion</u> : $\Phi$ : 7 mm, acier AISI H11 rechargé en Stellite 21 ou Stellite 6 <u>Disque</u> : acier rapide AISI T2 traité à 840 HV ----- <b>Presse mécanique industrielle</b> <u>Matrice</u> : acier AISI H11 rechargé en Stellite 21 <u>Lopin</u> : acier C22	Vg = 0,4 m/s ; F = 48 N ; D = 1000 m ; Pas de lubrification ; T = 20 °C, 200 °C, 400 °C, 550 °C.  ----- Capacité presse : 620 T ; Nombre de pièces forgées : 16000 ; Lubrification : huile graphite ; T <sub>matrice</sub> = 250-320 °C ; T <sub>lopin</sub> = 1050 °C.	Influence de la dilution et de la température sur la transformation de phase CFC en HC.	Forgeage à chaud
<b>Persson</b> [PERS03, PERS03-2, PERS05, PERS06] <b>Atamert</b> [ATAM89]	<b>Stellite 21</b> (épaisseur de l'ordre de 2 mm) <b>Procédé : LASER</b> <b>Stellite 6</b> <b>Procédés :</b> - MMA (3 couches) - TIG (5 couches) - LASER (5 couches)	<b>Load-scanner</b> <u>Contact</u> : Stellite 21 sur Stellite 21  <b>Pion – disque avec abrasif</b> <u>Pion</u> : acier AISI H11 rechargé en Stellite 6 <u>Disque</u> : recouvert de papiers abrasifs SiC (dureté : 2480-2600 HV, taille particules : 40 $\mu$ m) ou Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (dureté : 2100 HV, taille particules : 17 $\mu$ m)	Vg = 0,013 m/s ; F = 2000 N ; Pmax = 2 GPa ; D $\approx$ 0,2 mm à 2 mm par passage ; Pas de lubrification ; T = ambiante, 250 °C.  Vg = 0,63 m/s ; F = 4,5 N ; D = 189 m ; Pas de lubrification ; les papiers abrasifs sont changés toutes les minutes au cours des essais ; T = ambiante.	Mécanismes responsables des bonnes performances tribologiques des Stellites.	Valves nucléaires
<b>Bhansali</b> [BHAN82]	Alliages <b>Stellite 6 massifs</b> avec ajouts de Ni	<b>Pion plan – disque avec rotation du pion sur son axe à la surface du disque</b>	Rotation du pion de 360° ; F = 2700-4540 N ; Pas de lubrification ; T = ambiante ; Essais interrompus après 1 ou plusieurs rotations du pion.	Relation entre la microstructure et les propriétés d'usure abrasive.  Rôle de l'EDE sur le comportement à l'usure.	-

Vg = Vitesse de glissement (m/s) ; F = Charge normale (N) ; Pmax = pression maximale de Hertz (GPa) ; D = Distance de glissement totale (m) ; T = Température (°C)

**Tableau 11 : Synthèse des études concernant le comportement tribologique des rechargements base cobalt.**

# 1. Écrouissage

## 1. 1. Augmentation de dureté dans les rechargements Stellite

L'augmentation de la dureté en surface des rechargements Stellites sous sollicitations tribologiques a été mise en évidence par quasiment tous les auteurs cités dans le Tableau 11. Dans l'étude de Persson [PERS03], le rechargement Stellite 21 – LASER présente une dureté initiale de l'ordre de 550 HV<sub>0,1</sub>. Après essai, la dureté mesurée à 50 µm de la surface de contact atteint un maximum de 675 HV<sub>0,1</sub>. Dans l'étude de Kashani [KASH07], le rechargement Stellite 6 – TIG présente une dureté initiale légèrement inférieure à 500 HV<sub>0,2</sub>. Après essais de frottement, l'extrême surface atteint une dureté de 630 HV<sub>0,2</sub>. Pour un rechargement Stellite 21 – TIG [KASH08], la dureté initiale est de l'ordre de 350 HV<sub>0,2</sub> et après essai elle augmente jusqu'à 450 HV<sub>0,2</sub>. Pour l'étude de l'équipe Iordache, Fouilland et El Mansori [IORD06], le rechargement Stellite 21 – MIG présente une dureté de 350 HV<sub>0,2</sub> dans la première couche et de 375 HV<sub>0,2</sub> dans la quatrième couche. Après essais, la dureté de la première couche atteint 715 HV<sub>0,2</sub> et celle de la quatrième couche 766 HV<sub>0,2</sub>.

Ainsi, il peut être défini un taux d'écrouissage que Iordache [IORD06] a exprimé par l'Équation 6 dans laquelle la différence de dureté est divisée par la dureté finale et non initiale. Nous avons donc calculé, dans le Tableau 12, le taux d'écrouissage défini par Iordache ainsi que le taux d'écrouissage représentatif de l'augmentation de dureté (Équation 6-modifiée) pour les différents auteurs. Quand la dureté initiale du dépôt est élevée (de l'ordre de 500HV), le taux d'écrouissage modifié peut atteindre 30 %. Quand la dureté initiale du dépôt est faible (de l'ordre de 350 HV) le taux d'écrouissage modifié dépasse les 100 %. Ce qui nous permet d'apporter comme premières conclusions sur ces résultats que :

- la dureté maximale des rechargements Stellites est comprise entre 675 et 766 HV,
- plus la dureté initiale du rechargement est faible, plus la capacité d'écrouissage est importante.

$\text{Écrouissage (\%)} = \frac{HV_{ap} - HV_{init.}}{HV_{ap}} \times 100$	<i>HV<sub>init.</sub></i> : dureté initiale du rechargement <i>HV<sub>ap</sub></i> : dureté de la surface usée
---	---

Équation 6 : Formule de calcul du taux de durcissement par frottement [IORD06].

	Persson <i>LASER</i> <i>Stellite 21</i>	Kashani <i>TIG</i> <i>Stellite 6 et 21</i>	Iordache <i>MIG</i> <i>Stellite 21</i>
<b>Taux écrouissage calculé selon Équation 6</b>	18,5 %	Stellite 6 : 20,6 % Stellite 21 : 22,2 %	1 <sup>ère</sup> couche : 51,0 % 4 <sup>ème</sup> couche : 51,4 %
<b>Taux écrouissage calculé selon Équation 6-modifiée avec pour dénominateur la dureté initiale</b>	22,7 %	Stellite 6 : 26,0 % Stellite 21 : 28,6 %	1 <sup>ère</sup> couche : 104,3 % 4 <sup>ème</sup> couche : 104,3 %

Tableau 12 : Calcul des taux d'écrouissages pour les différents auteurs.

De manière générale, les auteurs observent également un gradient de dureté en surface du rechargement quel que soit l'essai ou le procédé de rechargement (Figure 49). Ainsi, Persson [PERS03] a schématisé la zone écrouie (Figure 50) et observé que :

- la zone écrouie est aussi large que la trace d'usure,
- la dureté en surface est sensiblement constante sur toute la largeur de la trace d'usure,

- dans la trace d'usure la dureté diminue en allant vers le cœur du matériau.

La profondeur affectée par l'écroûissage est généralement inférieure à 500  $\mu\text{m}$  pour les essais à forte pression de contact initiale, ce qui est le cas des essais de Persson [PERS03] avec une pression de Hertz de 2 GPa et les essais de Farhani [FARH06] qui sont directement effectués sur presse industrielle avec un chargement normal de 620 tonnes. Kashani [KASH07], avec le tribomètre pion plan sur disque et une surface initiale de contact plane trouve une épaisseur affectée inférieure à 150  $\mu\text{m}$ .

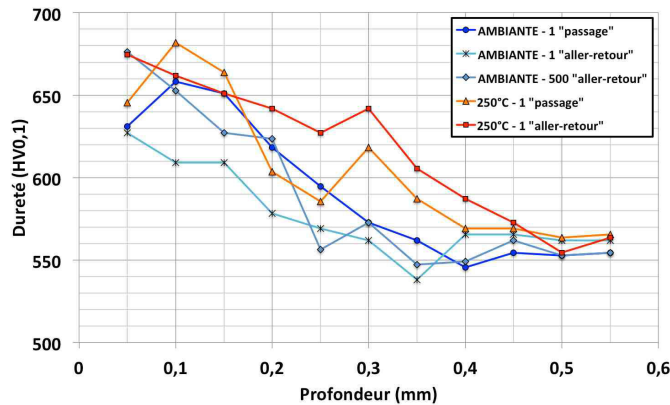


Figure 49 : Exemple de profils de dureté obtenus en profondeur, à l'aplomb du centre de la trace d'usure (cf. Figure 50) (charge de 2000 N) [PERS03].

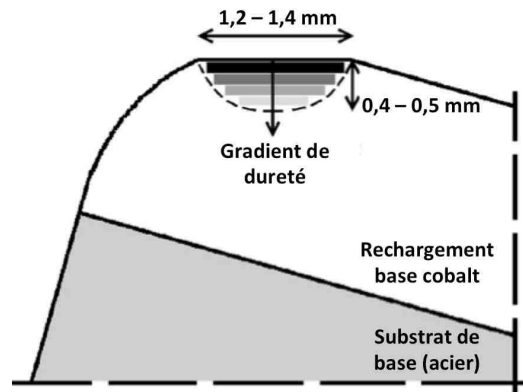


Figure 50 : Représentation schématique de la taille et de la forme de la zone écroûissée (sous une charge de 2000 N) [PERS03].

Selon Farhani [FARH06], outre l'écroûissage, l'augmentation de dureté des Stellites serait liée à la recristallisation de la structure (diminution de la taille des grains) et à la précipitation de carbures dans les grains, en lignes régulières, sur les défauts d'empilement (Figure 51). On peut émettre un doute quant à l'effet de la recristallisation sur l'augmentation de la dureté et l'observation de la recristallisation sur les micrographies que présente cet auteur. Par contre, ces micrographies montrent clairement l'augmentation de la densité de lignes de défaut d'empilement après matricage. Et selon Bhansali [BHAN82], les alliages massifs base cobalt présentant la plus faible EDE, et donc la plus grande densité de défauts d'empilement, s'écroûissent rapidement (après seulement une rotation du pion) sous fort chargement.

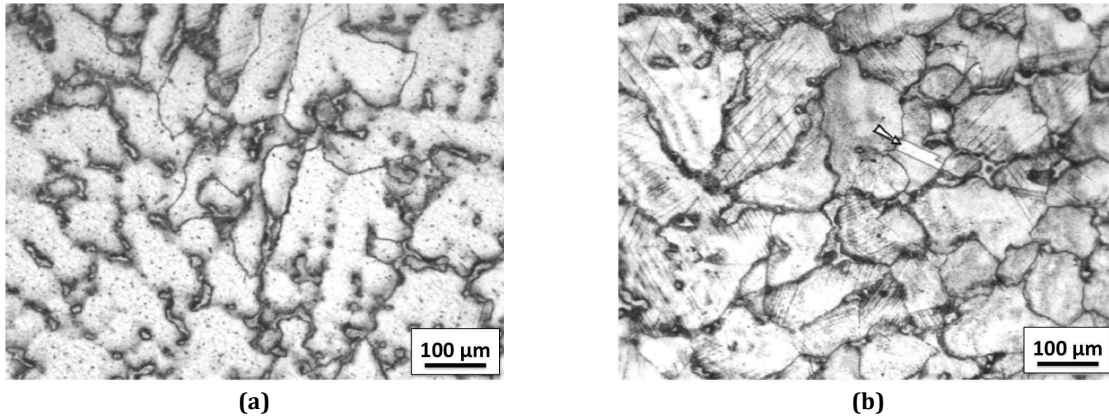


Figure 51 : Microstructure du rechargement après opérations de forgeage : (a) loin de la surface et (b) proche de la surface (la flèche indique la présence d'une macelle) [FARH06].

## 1. 2. Influence de la teneur en fer dans le rechargement

Fouilland [FOUI09] et Kashani [KASH08] ont mesuré les variations de dureté pour différents taux de dilution du fer dans des rechargements Stellite 21. Pour une lecture comparative des résultats, nous avons calculé pour chacun d'eux le taux d'érouissage selon l'Équation 6.

Fouilland [FOUI09] observe, pour un même procédé de soudage (MIG), une diminution du taux d'érouissage avec l'augmentation du taux de dilution en fer (Figure 52). Ce phénomène serait lié aux variations de l'EDE, en fonction de la teneur en fer dans le rechargement. Lorsque l'EDE diminue (faible dilution du fer), la dissociation des dislocations en dislocations partielles est facilitée, cela gêne le glissement dévié et conduit ainsi à un érouissage plus important en raison de la diminution de la mobilité des dislocations. Inversement, si l'EDE augmente, la dissociation en dislocations partielles n'est pas favorisée, les dislocations peuvent donc plus facilement changer de plans par glissement dévié ce qui conduirait à un érouissage moindre. Kashani [KASH08] considère que l'influence de la dilution du fer sur la dureté de la surface usée est faible et donc que le taux d'érouissage est sensiblement constant en fonction de la dilution.

Notons que les duretés initiales des deux types de rechargement sont du même ordre de grandeur (350HV) mais que les conditions d'essais pour chacun des auteurs sont différentes, en particulier, les pressions de contact sont plus importantes dans le cas de l'étude de Fouilland (bille en WC) que dans l'étude de Kashani (pion plan en acier), ce qui peut expliquer cette différence de point de vue.

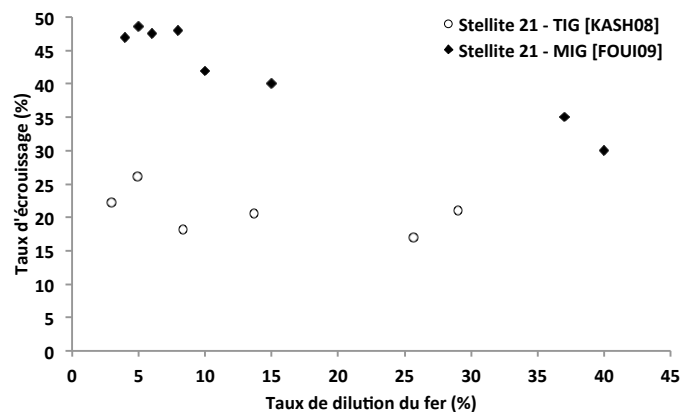


Figure 52 : Taux d'érouissage (Équation 6) en fonction du taux de dilution (Équation 3) du Stellite 21 déposé par procédé MIG [FOUI09] et procédé TIG [KASH08].

## 2. Transformation de phase

Rappelons que pour les alliages base cobalt, de type Stellite, la structure cristallographique de la matrice est CFC, mais sa phase thermodynamiquement stable est HC. Plusieurs auteurs ont observé une transformation partielle de la structure CFC métastable en HC stable sous sollicitations tribologiques. Cette transformation de phase, indépendamment appelée « transformation induite par déformation plastique » (en anglais « SIT » pour Strain-Induced Transformation), « transformation martensitique » ou encore « transformation allotropique », est principalement observée sous des contraintes de cisaillement élevées [PERS05] et est facilitée par une faible EDE [BHAN82]. Notons que la transformation de phase des Stellites a également été observée lors d'essais de traction simple [FARO07, SMIT15]. En effet, sous sollicitation uniaxiale monotone et après rupture de l'éprouvette (20 % de déformation), Farooq observe en EBSD des bandes de phase Co-HC dans les grains Co-CFC et la transformation se fait suivant les plans {111}-CFC.

Lors d'essais sur le tribomètre « Load-Scanner », sous une pression nominale de contact de l'ordre de 2 GPa, Persson a observé la transformation de la phase CFC en HC sur une profondeur de l'ordre de 200  $\mu\text{m}$  pour un rechargement Stellite 21 déposé par procédé LASER (Figure 53). Il a également constaté que, sur quelques nanomètres d'épaisseur, les plans {0002}-HC du cobalt sont inclinés et alignés parallèlement à la surface de glissement (Figure 54). Cette couche superficielle, facilement cisailée, serait régénérée en continue et serait à l'origine des bonnes propriétés de frottement des Stellites. Pour un rechargement similaire, lors d'essais sur un tribomètre pion-disque, sous une pression nominale de contact de l'ordre de 20 MPa, Persson n'a observé qu'une faible fraction de phase CFC transformée en HC. Ainsi, il en déduit qu'il faut un certain niveau de pression pour induire la transformation.

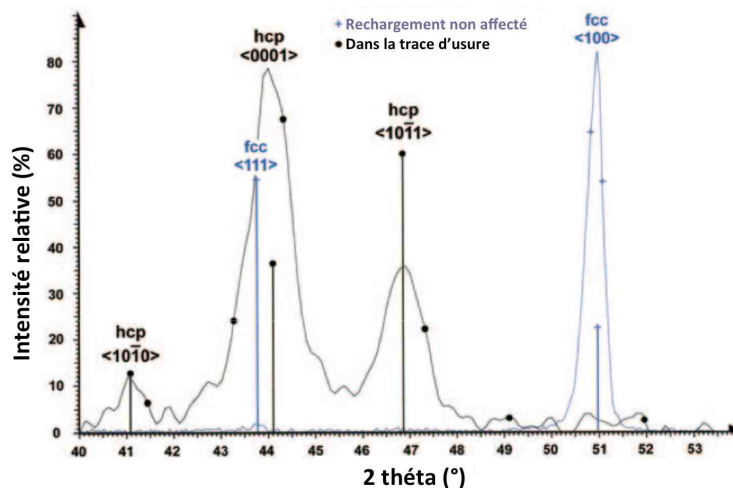


Figure 53 : Analyse par DRX du rechargement non affecté et du rechargement après essai tribologique dans la trace d'usure (les «+» et les «•» indiquent les positions et les intensités relatives des pics dans le cas du cobalt CFC et HC) [PERS05].



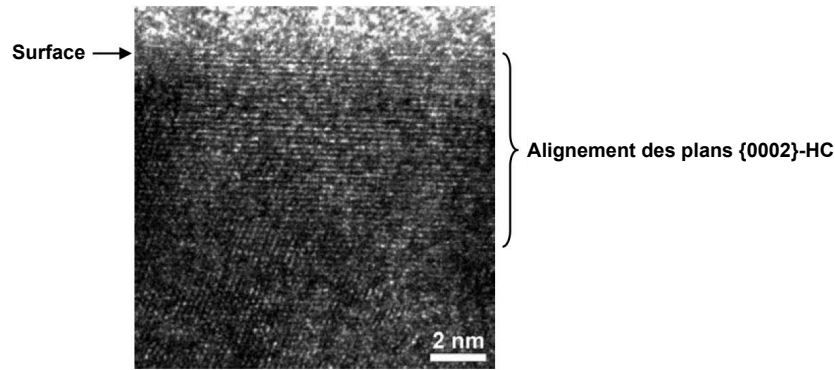


Figure 54 : Image MET de la surface en cross-section (sur la partie supérieure de l'image, on observe la couche base Pt qui a été déposée à la surface de l'échantillon avant la préparation de la cross-section) [PERS05].

## 2. 1. Influence de la teneur en fer dans le rechargement

Pour des rechargements de type Stellite 21 déposés par procédé TIG et sollicités dans des conditions d'essais identiques, Kashani [KASH08] a calculé (Équation 7) le pourcentage de transformation de phase HC à partir de l'intensité des pics DRX  $\{200\}$ -CFC et  $\{10\bar{1}1\}$ -HC (Figure 55). Selon ce calcul, il observe une diminution de la transformation CFC en HC avec l'augmentation de la teneur en fer dans le rechargement (Figure 56).

Cette équation ne tient compte que des deux principaux pics en posant l'hypothèse forte que le premier pic positionné à  $2\theta$  environ égal à  $44,5^\circ$  est entièrement attribué à la phase HC. On peut noter que selon les fiches JCPDS des structures CFC-Co et HC-Co, les positions des pics sont respectivement  $44,2^\circ$  et  $44,7^\circ$ , donc très proches et difficilement dissociables. C'est pour cette raison que dans nos travaux nous n'appliquerons pas l'Équation 7, mais nous calculerons le pourcentage de phase à partir de la méthode de Rietveld.

$\frac{x}{1-x} = 1,5 \times \frac{I_{CFC}^{\{200\}}}{I_{HC}^{\{10\bar{1}1\}}}$	<p><math>x</math> : teneur en phase CFC  <math>1-x</math> : teneur en phase HC  <math>I_{CFC}^{\{200\}}</math> : intensité du pic de DRX <math>\{200\}</math> de la phase CFC  <math>I_{HC}^{\{10\bar{1}1\}}</math> : intensité du pic de DRX <math>\{10\bar{1}1\}</math> de la phase HC</p>
--	--

Équation 7 : Détermination de la teneur en phase HC.

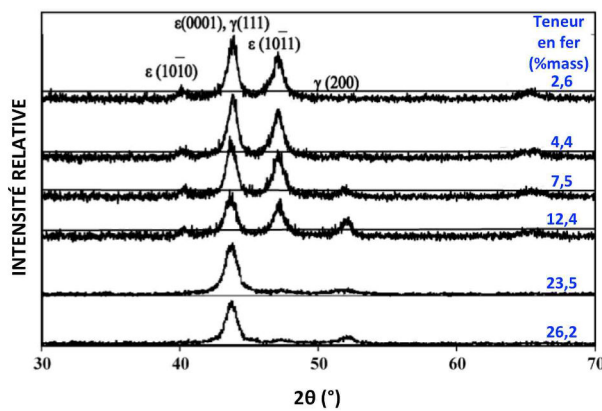


Figure 55 : Analyses DRX après frottement pour différentes teneurs en fer dans le rechargement [KASH08].

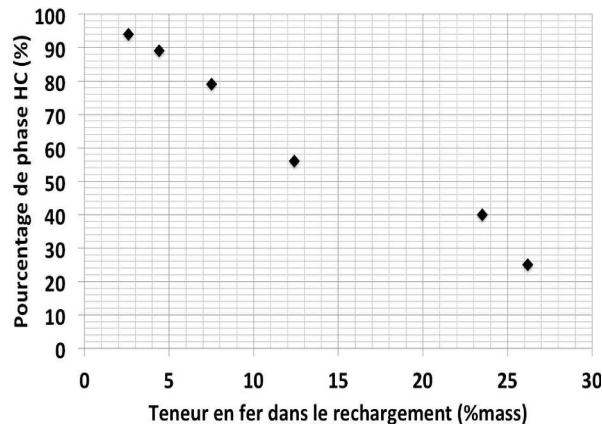


Figure 56 : Variation de la fraction volumique de phase HC après essais tribologiques en fonction de la teneur en fer [KASH08].

Ces résultats sont en accord avec l'étude d'Atamert [ATAM89] sur des rechargements Stellite 6 déposés par procédés MMA (Manual Metal Arc welding), TIG (Tungsten Inert Gas welding) et LASER qui a mis en évidence, après tests d'abrasion, la présence de nombreuses lamelles de structure HC dans la matrice des rechargements contenant 11,7 %at et 12,0 %at de fer (Figure 57-a et -Figure 57-b) alors que dans l'échantillon contenant 15,8 %at de fer, on observe principalement des dislocations et seulement quelques lamelles de structure HC (Figure 57-c).

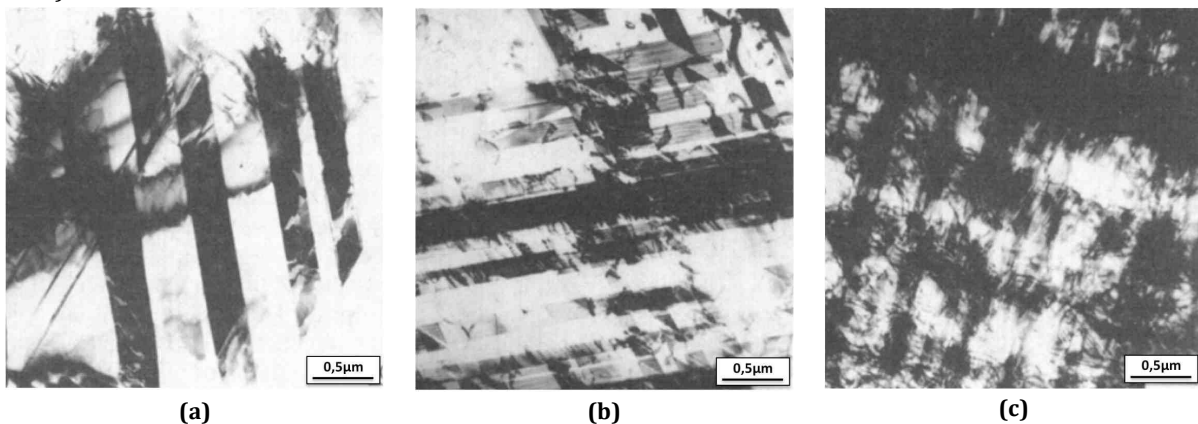


Figure 57 : Clichés MET après test d'abrasion de la surface d'échantillons de Stellite 6 déposés par : (a) procédé LASER-11,7 at%, (b) procédé MMA-12,0at% et (c) procédé TIG-15,8 at%-Fe [ATAM89].

## 2. 2. Influence de la température

Dans le cas d'essais de traction simple à différentes températures suivis par diffraction de rayons X in situ sur un rechargement base cobalt obtenu par métallurgie des poudres, Smith [SMIT15] a identifié la transformation de phase Co-CFC en Co-HC par le calcul du « RIR Co-HC / Co-CFC » (Rapport d'Intensité de Référence : méthode de quantification par DRX avec un étalon, généralement du corindon (alumine  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O)) (Figure 58-a). Il a montré que (Figure 58) :

- à température ambiante, la transformation se produisait à partir de 2,5% de déformation,
- à 350 °C à partir de 4 % de déformation,
- à 700 °C à partir de 6 % de déformation,
- et il a également observé l'existence d'une température limite comprise entre 700 °C et 825 °C au-delà de laquelle la transformation de phase CFC en HC induite par déformation plastique ne se produit plus.

Dans un spectre de DRX, l'accumulation de défauts se traduit par une augmentation de la largeur des pics qui donne ainsi une information sur la quantité de défauts présents dans le matériau (dislocations, ...) et donc une information sur l'écroutissage. Sur le graphe « largeur des pics » en fonction de la déformation (Figure 58-b), les résultats des analyses par DRX montrent :

- à température ambiante et à 350 °C, une augmentation de la quantité de défauts dans les phases Co-CFC et Co-HC,
- à 700 °C, une augmentation de la quantité de défauts seulement dans la phase Co-HC,
- à 825 °C, aucune augmentation de la quantité de défauts dans la phase Co-CFC (seule présente).

L'augmentation de la largeur des pics de DRX traduit donc un écroutissage du cobalt dans les deux phases qui le constituent à basse température (ambiante et 350 °C), un écroutissage seulement dans la phase Co-HC à 700 °C (la phase Co-CFC ne s'écroute que très faiblement) et quasiment aucun écroutissage dans la phase Co-CFC à 825 °C.

Enfin, les courbes de traction (Figure 58-c), confirment que l'écroutissage est possible à température ambiante et 350 °C mais que la ductilité est faible. À 700 °C, l'écroutissage est plus faible et on peut noter un comportement « parfaitement plastique » à 825 °C. Pour ces deux dernières températures, la ductilité est équivalente.

Ces résultats montrent que le début de la transformation CFC en HC est observé après un seuil de déformation et donc accumulation d'une certaine quantité de défauts dans la matrice CFC. L'accumulation de défauts nécessaire à activer la transformation de phase CFC en HC est moins importante à 700 °C qu'à faible température (ambiante et 350 °C) contrairement au niveau de déformation qui est plus élevé. Au vu des résultats donnés par Smith, on peut noter qu'il y a compétition entre énergie mécanique et énergie thermique pour effectuer la transformation de phase CFC en HC.

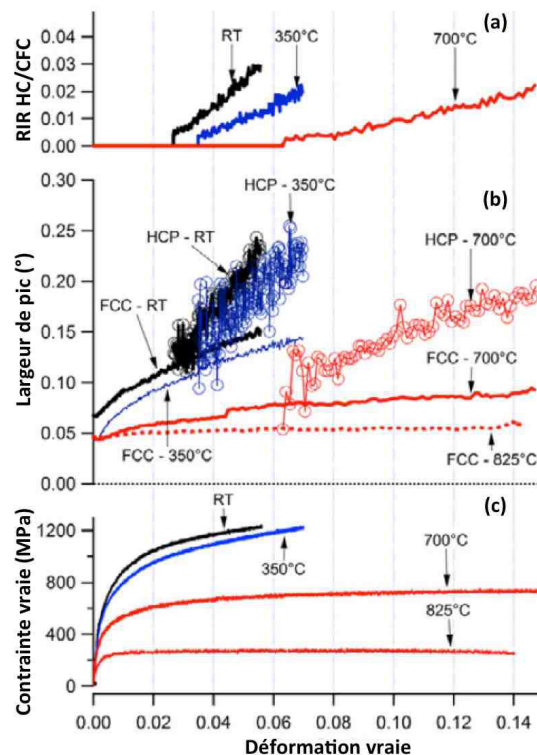


Figure 58 : Parallèles entre l'évolution du RIR HC/CFC (a), de la largeur de pic de diffraction (b) et de la contrainte (c) en fonction de la déformation [SMIT15].

### 3. Résistance à l'usure abrasive

#### 3. 1. Influence de la teneur en fer

Kashani [KASH08] observe une augmentation de la perte de masse avec la teneur en fer dans le rechargement (Figure 59). Les micrographies MEB des surfaces usées des rechargements Stellites contenant 2,6 %mass (Figure 60-a) et 26,2 %mass (Figure 60-b) de fer montrent respectivement une surface lisse associée à de fines rayures et une surface qui présente de larges et profondes rainures associée à du « micro-labourage ».

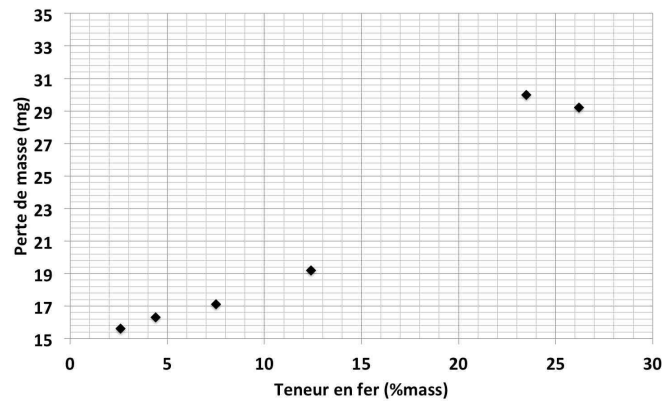


Figure 59 : Influence de la teneur en fer dans le rechargement sur l'usure (en terme de perte de masse) [KASH08].

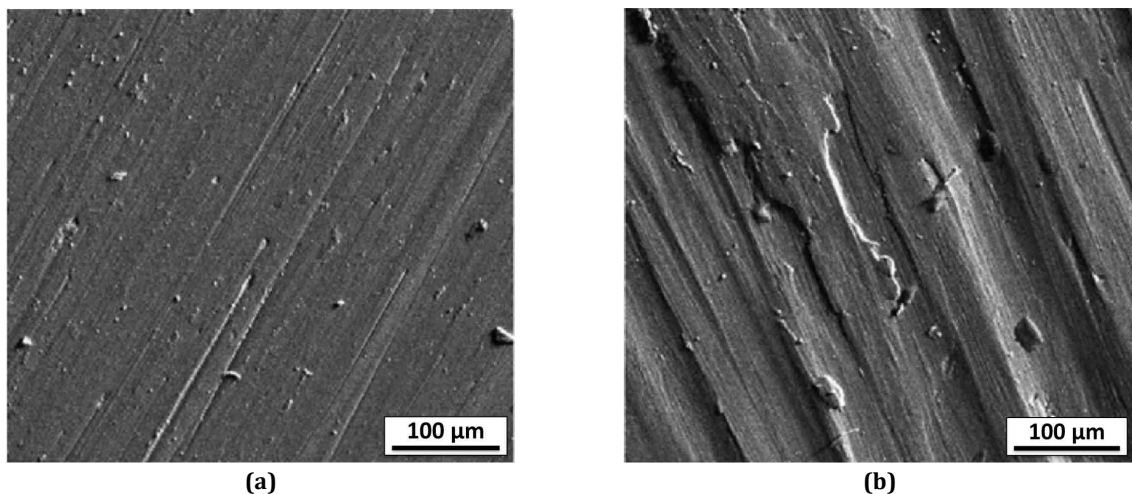


Figure 60 : Observations MEB de la surface usée des pions après essai tribologique pour une teneur en fer dans le rechargement de 2,6 %mass en (a) et 26,2 %mass en (b) [KASH08].

Fouilland [FOUI09] a observé l'augmentation de la largeur de la trace d'usure avec le taux de dilution en fer (10 % et 40 %) dans les rechargements Stellite 21 - MIG (Figure 61). Les observations de surface mettent également en évidence des mécanismes d'abrasion qui diffèrent selon le taux de dilution. Pour une teneur en fer de 10 %, les stries d'abrasion sont nettement visibles avec des micro-arrachements. Pour une teneur en fer de 40 %, la largeur de la trace a augmenté et celle-ci présente l'aspect de couches glacées avec la déformation plastique de celles-ci.

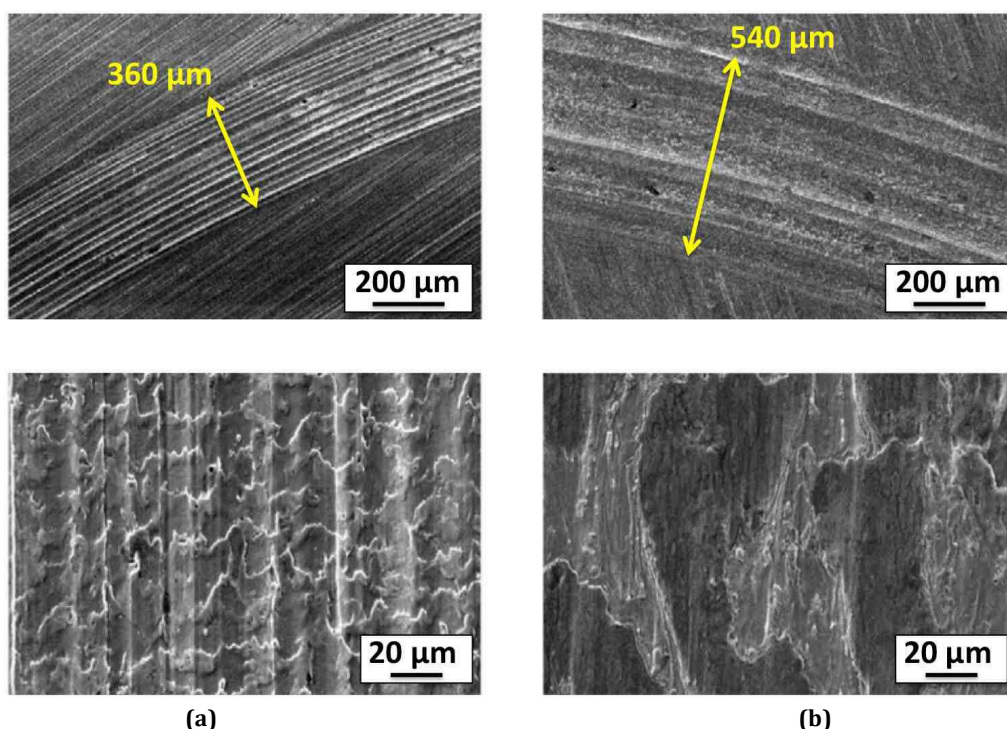


Figure 61 : Observations MEB de la surface après frottement pour un rechargement Stellite 21 déposé par procédé MIG avec un taux de dilution (a) 10 % et (b) 40% [FOUI09].

Bhansali [BHAN82] a démontré, avec l'essai pion-disque, que sous forts chargements (2250 N à 4500 N), les alliages massifs base cobalt présentant la plus faible EDE et donc la plus grande densité de défauts d'empilement avaient la plus grande résistance à l'usure par adhésion. Il montre que le nickel, en substitution dans l'alliage base cobalt, diminue les défauts d'empilement, réduit le taux d'écrouissage, diminue les contraintes pour lesquelles le glissement des dislocations se produit et ainsi augmente la plasticité, ce qui conduit à des alliages moins résistants à l'adhésion. On peut ainsi remarquer que l'ajout de nickel dans les alliages base cobalt donne les mêmes tendances de comportement que l'ajout de fer. Ces deux éléments d'alliage augmentent l'EDE.

Atamert [ATAM89] utilise un tribomètre abrasif pion-disque pour évaluer les taux d'usures de rechargements Stellite 6 obtenus par différents procédés (MMA, TIG, LASER). Avec les particules d'alumine comme abrasif, il conclut que le taux d'usure le plus élevé est obtenu pour le procédé MMA et il associe ce comportement à une microstructure plus grossière et une dureté initiale plus faible. Les Stellites rechargés par procédés LASER et TIG durcissant plus rapidement ont un taux d'usure plus faible. Avec l'abrasif carbure de silicium (plus dur que l'alumine), les rechargements présentent des taux d'usures similaires.

### 3. 2. Influence de la température

Kashani [KASH06] a également montré une amélioration de la résistance à l'usure avec la température (de 25 °C à 550 °C). À température ambiante, la perte de masse diminue lorsque la dureté initiale du rechargement augmente alors qu'à haute température, (550 °C), l'usure ne peut être reliée ni à la dureté initiale des rechargements, ni à leur dureté à 550 °C. Elle serait associée à la formation de couches d'oxydes recompressés, plutôt « lisses », en surface (Figure 62).

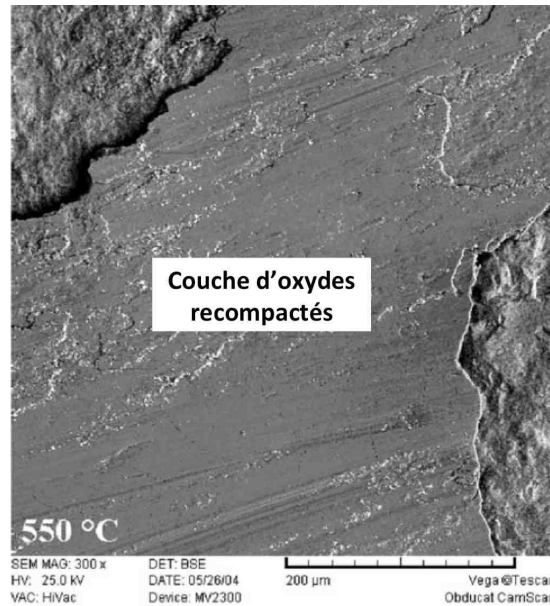


Figure 62 : Observation MEB de la surface d'un rechargement Stellite 21 déposé par procédé TIG après essai à 550 °C [KASH06].

#### 4. Coefficient de frottement

De manière générale, dans le cas du frottement de métaux purs (métal A sur métal A sous vide), les métaux de structure HC présentent un coefficient de frottement plus faible que les métaux CFC et CC [BUCK68, BOWD69]. Dans le cas du cobalt pur qui présente une transformation allotropique CFC-HC à 419 °C, Buckley et Johnson [BUCK68] ont défini expérimentalement une relation entre le coefficient de frottement et l'évolution de la structure cristallographique en fonction de la température (Figure 63). Cette relation met en évidence un coefficient de frottement plus faible lorsque le cobalt est sous forme HC que lorsqu'il est sous forme CFC. À la température d'essai de 500 °C, le cobalt est sous la forme CFC et le couple de matériaux Co-CFC/Co-CFC conduit au mécanisme de grippage. À une température d'essai inférieure à 300 °C, le cobalt est sous la forme HC et le taux d'usure pour le couple de frottement Co-HC/Co-HC est plus faible.

De plus, ils ont montré une forte anisotropie du coefficient de frottement dans les métaux HC : le plus faible coefficient de frottement est obtenu lorsque le glissement se fait selon le système de glissement principal (plan et direction). Enfin, les propriétés de frottement des métaux HC sont reliés aux paramètres de maille : en général, plus le rapport  $c/a$  des HC est proche du rapport idéal ( $c/a = 1,633$ ), plus le coefficient de frottement est faible (Figure 64). Ainsi, le cobalt HC pur présente l'intérêt d'avoir un des plus faibles coefficients de frottement des matériaux hexagonaux.



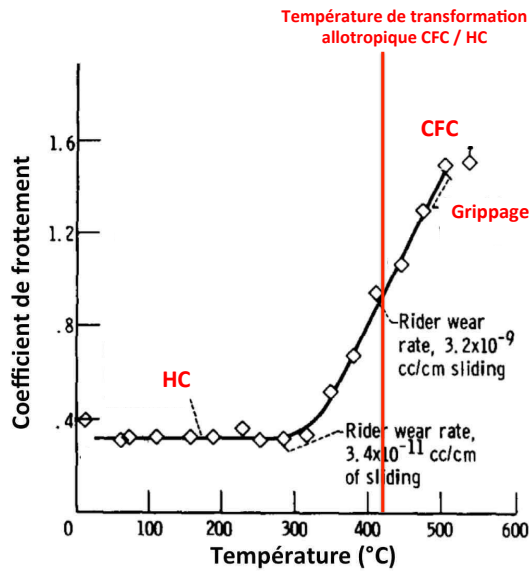


Figure 63 : Coefficient de frottement pour un frottement Co pur/Co pur à différentes températures sous vide ( $10^{-9}$ - $10^{-7}$  torr) (vitesse 197 cm/s, Charge : 100 g) [BUCK68].

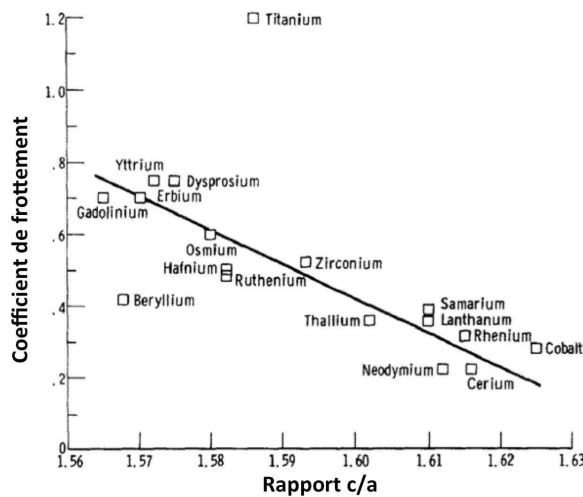


Figure 64 : Coefficient de frottement de plusieurs matériaux hexagonaux en fonction du rapport c/a [BUCK68].

## 5. Conclusion

Les études tribologiques menées sur les rechargements base cobalt ont mis en évidence leur aptitude à l'écaillage en service et certains auteurs ont également observé la transformation de phase CFC en HC. La teneur en fer dans les rechargements et la température ont une influence sur leur aptitude à l'écaillage et à la transformation de phase. Les études menées concernent généralement un seul procédé de dépôt et un seul matériau de rechargement et rendent ainsi difficile le couplage entre les phénomènes d'écaillage, de transformation de phase et d'usure.

## VI. Conclusion

Cet état de l'art a permis d'acquérir la connaissance des microstructures des rechargements base cobalt déposés par soudage. Les rechargements base cobalt sont constitués d'une matrice dendritique et de carbures dans les espaces interdendritiques et aux joints de grains. La particularité du cobalt réside dans le fait qu'il présente une transformation allotropique CFC ( $\gamma$ ) - HC ( $\epsilon$ ) à 419 °C. Cette transformation est de type martensitique, elle se produit par cisaillement, sans diffusion. Cette possibilité de transformation a un rôle déterminant à jouer sur le comportement mécanique et tribologique des Stellites. En effet, la structure CFC possède douze systèmes de glissement faciles alors que la structure HC n'en possède que trois. Cette dernière sera donc moins facile à déformer, plus fragile.

Dans les rechargements Stellites, du fait des vitesses de refroidissement liées aux procédés de soudage (hors équilibre), la matrice dendritique garde une structure CFC métastable à la température ambiante. Cependant, si elle est soumise à des contraintes « suffisamment » élevées, la phase CFC métastable se transforme en HC par déformation plastique. La transformation CFC en HC est liée à l'énergie de défaut d'empilement (EDE) du matériau : pour faciliter la transformation CFC en HC, l'EDE doit être minimisée. L'EDE des Stellites dépend principalement de la température et des éléments d'alliage. Les éléments Mo, W et Cr diminuent l'EDE, alors que les éléments Ni, Fe et C augmentent l'EDE.

La littérature concernant les procédés de soudage a mis en évidence le phénomène de dilution du fer dans les rechargements, lié à la fusion d'une partie de l'acier de base au moment du dépôt. Ce phénomène semble extrêmement important puisque la teneur en fer dans les rechargements agit sur la fraction volumique des carbures dans le rechargement et donc sur sa dureté. De plus, sous sollicitations tribologiques, la teneur en fer impacte l'aptitude à l'érouissage en service ainsi que la transformation de phase (le fer augmente l'EDE).

*La particularité de cette thèse est de travailler sur des rechargements obtenus par trois procédés différents : MIG, PTA et LASER. Ces procédés, via leurs énergies spécifiques, vont impacter le niveau de dilution du fer dans les rechargements (fusion du substrat de base) ainsi que la taille des microstructures obtenues (vitesses de refroidissement). L'objectif de ce travail de thèse est d'apporter des compléments à la compréhension des mécanismes d'endommagement des rechargements sous sollicitations tribologiques, en fonction des modifications métallurgiques induites par les procédés de rechargement, et de déterminer leur impact sur le comportement en service (coefficient de frottement, érouissage, déformation plastique, usure).*





## Chapitre 2

# Matériaux et démarche expérimentale

Afin de caractériser les rechargements pour outillages de forge, la démarche a été engagée autour de plusieurs axes (Figure 65). L'identification des types d'endommagements industriels a été réalisée via l'expertise de matrices. La définition des propriétés rhéologiques des rechargements de l'étude a été réalisée via des essais de traction simple. L'adhérence des rechargements a été caractérisée par des essais de flexion quatre points. La compréhension du comportement en service a été étudiée via des essais à l'échelle semi-industrielle sur la presse pilote de 300T chez Aubert et Duval et à l'échelle du laboratoire par des essais tribologiques sous fortes charges. La caractérisation des matériaux a été réalisée par des observations microscopiques à différentes échelles (microscopie optique, microscopie électronique à balayage en mode « classique » et en mode « transmission »), par des mesures de dureté ainsi que par des analyses structurales par diffraction de rayons X (DRX) et par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Ce chapitre présente succinctement les matériaux de l'étude puis détaille les différents moyens d'essais et de caractérisations utilisés.

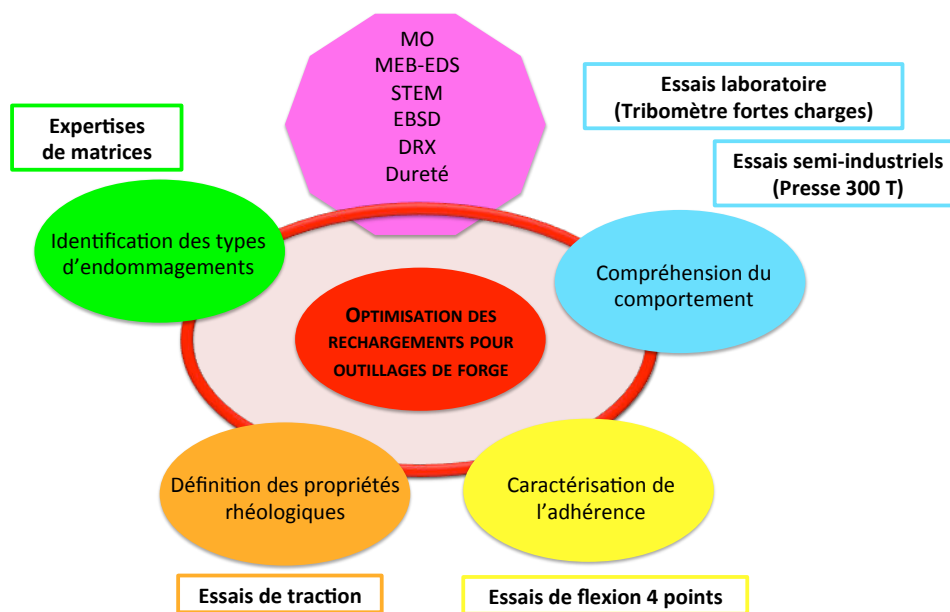


Figure 65 : Démarche engagée dans les travaux de thèse.

## I. Matériaux

Ce paragraphe a pour objectif de présenter les matériaux qui ont été utilisés au cours de cette étude. Ces matériaux ont été définis et imposés par le cadre du projet FUI-ROOF environnant ces travaux de thèse. Il s'agit d'un substrat (= matrice) et de différents rechargements.

### Substrat

Dans le cadre de cette étude, l'acier choisi par Aubert et Duval pour le substrat des matrices de forgeage à chaud est un acier à outil de type 42NiCrMo18 (nom commercial AD820®) (Tableau 13). L'AD820 a été développé, et est déjà largement utilisé, par Aubert et Duval pour ses matrices de forgeage à chaud. Cet acier est enrichi en nickel

(4,5 %mass) pour améliorer sa trempabilité, c'est-à-dire la profondeur à laquelle il peut être durci par formation de martensite lors de la trempe. Plus la dureté est uniforme, moins la matrice a tendance à se déformer. Son utilisation est prévue pour des températures supérieures à 200 °C-250 °C. En effet, il présente une transition fragile / ductile à 170 °C. Le traitement classique de l'AD820 est une trempe à l'air suivie d'un double revenu :

- trempe : 870 °C / 1 h
- premier revenu : 570 °C / 2 h
- second revenu : 550 °C / 2 h

Notons que les températures de début et de fin de formation de l'austénite pour l'AD820 sont respectivement  $Ac_1 = 650$  °C et  $Ac_3 = 790$  °C (Figure 66).

	C	Cr	Mo	Ni	Fe
<b>AD820 (42NiCrMo18)</b>	0,42	1,60	0,50	4,50	Bal.

Tableau 13 : Composition chimique (%mass) de l'AD820, substrat de base utilisé au cours de l'étude (données Aubert et Duval).

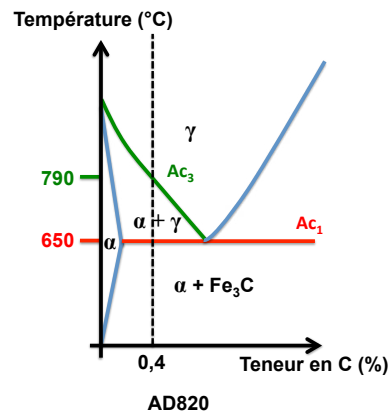


Figure 66 : Diagramme fer-carbone et points de transformations  $Ac_1$  et  $Ac_3$ , respectivement températures de début et de fin de formation de l'austénite, dans le cas de l'acier AD820 (données Aubert et Duval).

#### Matériaux de rechargement

La composition chimique des matériaux de rechargement étudiés est présentée dans le Tableau 14. Le rechargement dit de référence, car déjà utilisé sur les matrices de forgeage à chaud par Aubert et Duval au démarrage du projet, est le Stellite 21 sous la forme de fil fourré déposé par procédé de rechargement MIG. Les autres rechargements étudiés sont déposés par procédés PTA ou LASER et se présentent sous forme de poudre : Stellite 21 et Stellite 6.

	Co	Cr	W	Mo	C	Fe	Ni	Si	Mn
<b>Stellite 21 fil fourré</b>	bal.	28,0	-	5,0	0,27	3,5	2,4	1,3	1,0
<b>Stellite 21 poudre</b>	bal.	27,0	-	5,6	0,26	0,1	2,4	0,87	0,64
<b>Stellite 6 poudre</b>	bal.	28,8	4,3	-	1,2	0,6	0,7	1,1	-

Tableau 14 : Composition chimique nominale (%mass) du fil fourré de Stellite 21 pour les rechargements déposés par procédé MIG (données fournisseur Soudokay) et des poudres de Stellite 21 et de Stellite 6 pour les rechargements déposés par procédés PTA et LASER (données fournisseur Höganäs).

## II. Moyens d'essai et méthodologie

### 1. Essais mécaniques

La caractérisation du comportement rhéologique et de l'adhérence des rechargements de l'étude a été réalisée par des essais mécaniques. La rhéologie a été caractérisée par des essais de traction simple et l'adhérence par des essais de flexion 4 points.

#### 1. 1. Essais de traction

Les essais de traction simple isothermes en température (ambiante, 450 °C et 600 °C) ont été réalisés dans l'objectif de déterminer les propriétés rhéologiques des rechargements. Le coefficient de dilatation thermique des rechargements a également été déterminé lors de la mise en température des éprouvettes.

##### a. Moyen d'essai

Une machine d'essai mécanique hydraulique de type Schenck hydropuls (série 56) de force nominale 250 kN a été utilisée pour réaliser les essais (Figure 67). Le chauffage de l'éprouvette est assuré par un four AET à résistance d'une puissance d'1 kW et de température nominale 1000 °C. La déformation est mesurée par un extensomètre Schenck longitudinal adapté aux essais à haute température dont les tiges constituant une base de mesure de 10 mm sont plaquées sur la zone utile de l'éprouvette (Figure 68). La température d'essai est régulée par un thermocouple boucle mis en contact avec l'éprouvette au niveau de la zone utile (Figure 68). Les éprouvettes sont fixées sur des mors à goupilles usinés en Inconel 718 pour permettre de réaliser les essais en température (Figure 68).



Figure 67 : Moyen d'essai de traction.

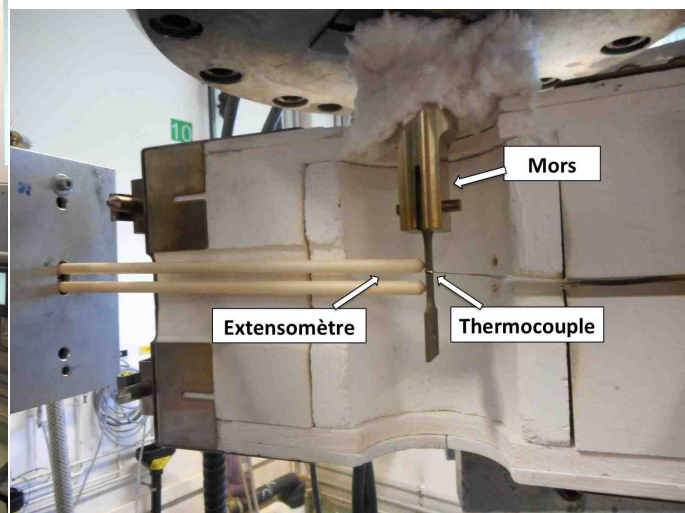


Figure 68 : Positionnement de l'éprouvette dans le mors à goupille supérieure, de l'extensomètre et du thermocouple.

### b. Éprouvettes et prélèvement

Les éprouvettes de type plates (Figure 69), sont exclusivement constituées du matériau de rechargement à caractériser. Les rechargements sont déposés sur des blocs en AD820 et les éprouvettes sont prélevées et découpées par électroérosion fil dans la partie du rechargement (Figure 70).

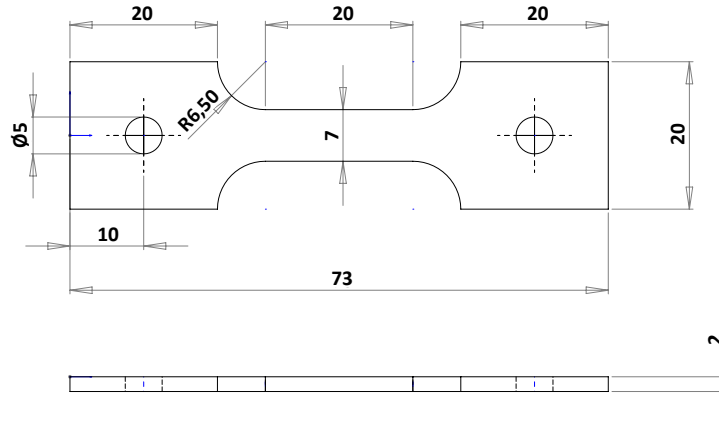


Figure 69 : Plan des éprouvettes de traction.

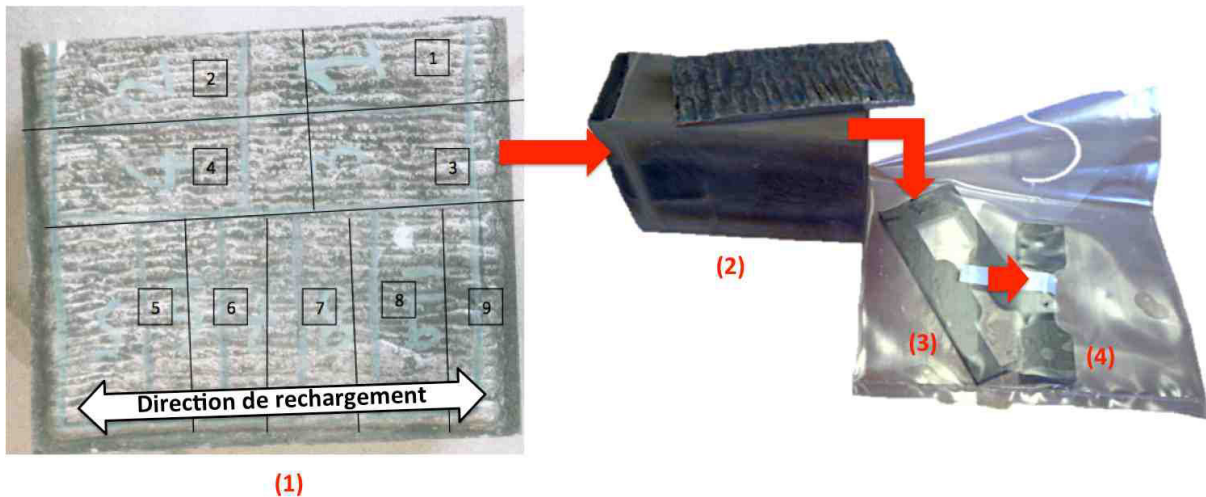


Figure 70 : Étapes d'obtention et d'usinage des éprouvettes par électroérosion : (1) rechargement sur un bloc en AD820, (2) découpe du bloc en pavés (suivant lignes noires), (3) découpe d'une tranche d'épaisseur de l'éprouvette dans la zone rechargée et (4) découpe du contour de l'éprouvette et perçage des deux trous de fixation.

### c. Procédure d'essai

Au cours de la montée en température des éprouvettes de traction, leurs variations de température (thermocouple boucle en contact avec l'éprouvette) et de longueur (extensomètre plaqué sur l'éprouvette) ont été enregistrées. Ceci a permis de tracer les courbes d'allongement ( $\Delta L/L_0$ ) en fonction de la variation de température ( $\Delta T$ ) et ainsi d'estimer le coefficient de dilatation thermique linéaire ( $\alpha$ ) des rechargements (Équation 8). Le coefficient de dilatation linéaire est généralement exprimé en  $10^{-6} / ^\circ\text{C}$ .

$\frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \cdot \Delta T$	$\Delta L$ : variation de longueur $L_0$ : longueur initiale $\alpha$ : coefficient de dilatation thermique linéaire $\Delta T$ : variation de la température
--	--

Équation 8 : Allongement en fonction de la variation de température de l'éprouvette.

La déformation au cours des essais est mesurée par un extensomètre jusqu'à une déformation maximale de 10 %. Au-delà de 10 % de déformation, l'extensomètre est retiré et la déformation est estimée par la suite à partir de la mesure de déplacement du vérin en appliquant un facteur correctif. Ce facteur correctif est déterminé sur la partie de l'essai où la position de la traverse et la déformation mesurée par l'extensomètre sont simultanément mesurées.

Le pilotage des essais a été effectué selon deux procédures. La procédure 1 (P1) consiste à piloter les essais en vitesse de déformation par extensomètre jusqu'à 3,5 % de déformation afin d'assurer une vitesse de déformation constante dans la zone utile. Au-delà de 3,5 % de déformation, l'essai est piloté en vitesse de déplacement imposée du vérin. Notons que le changement de mode de pilotage peut intervenir avant 3,5 % de déformation si une chute de contrainte supérieure à 50 % se produit. Cependant, lors du pilotage de l'essai par l'extensomètre, des instabilités importantes étaient observées sur les courbes et rendaient difficile leur exploitation. La procédure d'essai P1 a donc été modifiée par un pilotage complet en vitesse de déplacement du vérin (procédure P2) qui a permis d'améliorer la qualité des courbes contrainte-déformation. La vitesse de déplacement a été calculée de façon à ce que la vitesse de déformation corresponde à la vitesse de déformation obtenue par le pilotage extensomètre ( $10^{-2} \text{ s}^{-1} \Leftrightarrow 0,23 \text{ mm/s}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1} \Leftrightarrow 0,023 \text{ mm/s}$ ). Pour la suite, nous ferons l'hypothèse que le mode de pilotage n'affecte pas le comportement en traction.

#### d. Paramètres d'essais

Les paramètres d'essais sont la température, la vitesse de sollicitation et la direction de sollicitation par rapport à la direction de rechargement (Tableau 15).

Trois températures ont été étudiées : ambiante, 450 °C et 600 °C.

Les essais à température ambiante et à 450 °C ont été réalisés avec une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . L'influence de la vitesse de déformation a été étudiée à 600 °C avec deux vitesses :  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

L'effet de la direction de sollicitation vis-à-vis de la direction de rechargement (parallèle et perpendiculaire) sur la réponse mécanique a été étudié dans le cas du Stellite 21 déposé par procédé MIG (rechargement de référence). Pour les autres matériaux de rechargement, les caractérisations ont été uniquement réalisées dans la direction de rechargement.

La synthèse des essais réalisés est présentée dans le Tableau 16.

<b>Température (°C)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 20</li> <li>• 450</li> <li>• 600</li> </ul>
<b>Vitesse de déformation (<math>\text{s}^{-1}</math>)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>10^{-2}</math></li> <li>• <math>10^{-3}</math></li> </ul>
<b>Direction de sollicitation par rapport à la direction de rechargement</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• parallèle</li> <li>• perpendiculaire</li> </ul>

Tableau 15 : Paramètres des essais de traction simple.

	Stellite 21 MIG	Stellite 21 PTA	Stellite 6 PTA	Stellite 6 LASER
20 °C_10 <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup> _parallèle	✓	✓	✓	✓
450 °C_10 <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup> _parallèle	✓	✓	✓	✓
600 °C_10 <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup> _parallèle	✓	✓	✓	✓
600 °C_10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup> _parallèle	✓		✓	
20 °C_10 <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup> _perpendiculaire	✓			
450 °C_10 <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup> _perpendiculaire	✓			
600 °C_10 <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup> _perpendiculaire	✓			
600 °C_10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup> _perpendiculaire	✓			

Tableau 16 : Synthèse des essais de traction.

En conclusion, notons que ces essais de tractions ont permis de déterminer le module d'Young (E), la limite d'élasticité (Rp<sub>0,2</sub>), la résistance mécanique (Rm), la ductilité (A%) et le coefficient de dilatation thermique des différents rechargements étudiés.

## 1. 2. Essais de flexion 4 points

Les essais de flexion quatre points ont été réalisés afin de valider l'adhérence des rechargements sur le substrat de base.

### a. Moyen d'essai

Une machine d'essai mécanique hydraulique de type MTS de capacité 50 kN a été utilisée pour réaliser les essais de flexion. Les essais en température sont réalisés dans un four à résistance AET (Figure 71) ce qui a nécessité l'usinage d'un banc d'essai en Inconel 718. La température est régulée par un thermocouple placé dans l'enceinte du four (Figure 71). Afin de contrôler la température, une pièce de volume équivalent à l'échantillon testé est systématiquement placée dans le four avec un thermocouple de contrôle soudé. La flèche est mesurée au centre de l'éprouvette par un capteur de déplacement inductif LVDT (Linear Variable Differential Transformer) (Figure 72).

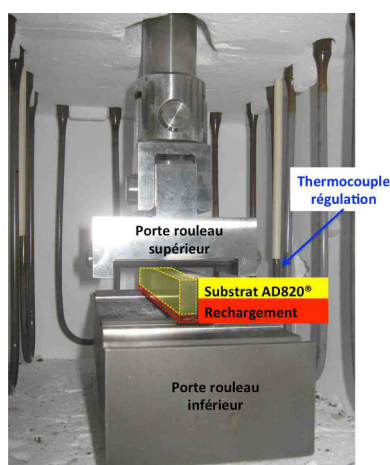


Figure 71 : Banc de flexion en Inconel 718 placé dans le four radiatif.

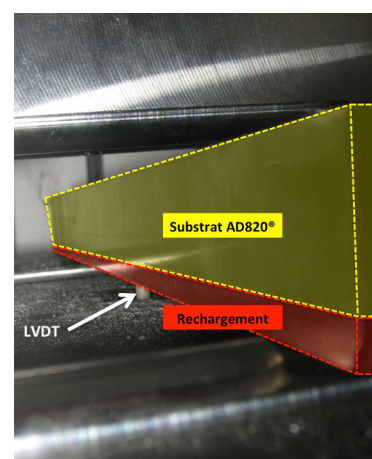


Figure 72 : Zoom sur la mesure de la flèche au centre de l'éprouvette par un capteur de déplacement LVDT.



## b. Éprouvettes et prélèvement

Les résultats des essais de traction ont permis d'alimenter le logiciel Abaqus® pour réaliser des calculs (élasto-plastiques) pour le dimensionnement des éprouvettes de flexion (Figure 73). Les éprouvettes ont été dimensionnées dans l'objectif d'atteindre la flèche maximale autorisée par le montage (5 mm) en restant dans les capacités de la machine (50 kN). Les calculs ont été réalisés pour le cas du rechargement de référence, soit le cas d'un rechargement Stellite 21 par procédé MIG, et la même géométrie a ensuite été reproduite pour tous les rechargements étudiés. Le rapport «  $\frac{3}{4}$  substrat -  $\frac{1}{4}$  rechargement » a été choisi de façon à avoir une épaisseur de rechargement comparable à celle déposée sur les matrices de forge.

Comme pour les éprouvettes de traction, les éprouvettes de flexion ne sont pas rechargées unitairement. En effet, ce sont des blocs de 200 mm x 200 mm x 50 mm qui sont rechargés et les éprouvettes sont ensuite usinées dans ces blocs. Ce mode de rechargement a été mis en place dans le but d'avoir une thermique qui soit davantage représentative de celle des matrices industrielles.

Selon les géométries définies pour les éprouvettes et le montage de flexion (Figure 73), dans le cas d'un rechargement Stellite 21 déposé par procédé MIG sur un substrat en AD820, les calculs réalisés sous Abaqus®, pour une température de 450 °C, ont montré que pour atteindre la flèche maximale autorisée (5 mm), une charge de 26 kN était nécessaire (compatible avec la capacité machine qui est de 50 kN). La contrainte à l'interface côté substrat AD820 est alors de 1090 MPa, à l'interface côté rechargement de 450 MPa et en extrême surface du rechargement de 485 MPa.

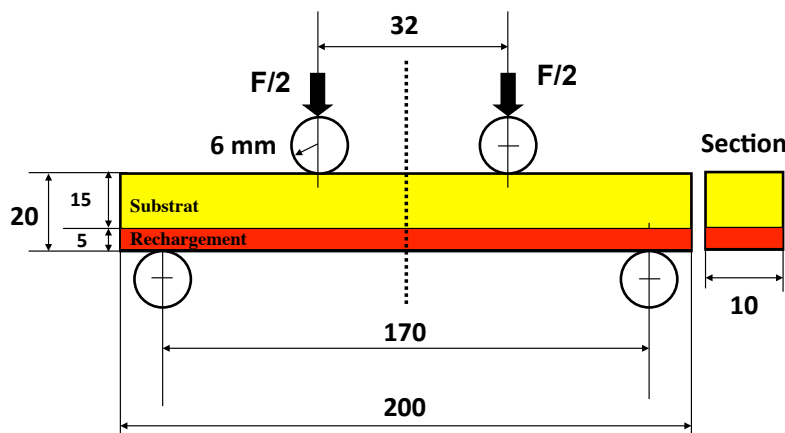


Figure 73 : Géométrie des éprouvettes et du montage de flexion.

## c. Procédure d'essai

Les essais sont pilotés en vitesse de déplacement imposée de 0,01 mm/s. La fréquence d'acquisition est de 2Hz. L'arrêt de l'essai est conditionné par le premier des trois événements suivants à se produire :

- rupture de l'éprouvette,
- flèche de 5 mm (imposée par le rayon des rouleaux de 6 mm),
- force de 45 kN (imposée par la force nominale de la machine d'essai de 50 kN).

## d. Paramètres d'essais

Les paramètres d'essais sont la température, la vitesse de sollicitation et la direction de prélèvement des éprouvettes par rapport à la direction de rechargement (Tableau 17). Les essais ont été réalisés à une vitesse de 0,01 mm/s à quatre températures : ambiante, 450 °C, 600 °C et 850 °C. Toutes les éprouvettes ont été prélevées de telle sorte que le sens long de



l'éprouvette correspond à la direction de rechargement. La synthèse des essais réalisés est présentée dans le Tableau 18.

<b>Température (°C)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 20</li> <li>• 450</li> <li>• 600</li> <li>• 850</li> </ul>
<b>Vitesse de déplacement (mm/s)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 0,01</li> </ul>
<b>Direction longue de l'éprouvette par rapport à la direction de rechargement</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• parallèle</li> </ul>

Tableau 17 : Paramètres des essais de flexion 4 points.

	<b>Stellite 21 MIG</b>	<b>Stellite 6 PTA</b>	<b>Stellite 6 LASER</b>
<b>20 °C _ 0,01 mm/s</b>		✓	✓
<b>450 °C _ 0,01 mm/s</b>	✓	✓	✓
<b>600 °C _ 0,01 mm/s</b>	✓	✓	✓
<b>850 °C _ 0,01 mm/s</b>	✓		

Tableau 18 : Synthèse des essais de flexion.

## 2. Essais semi-industriels

L'objectif des essais semi-industriels est de recréer des endommagements similaires à ceux observés sur les matrices industrielles. Deux géométries d'essais ont été étudiées, la géométrie poinçon et la géométrie mini-matrice. Respectivement, le rayon du poinçon et le rayon de la fuite de bavure des mini-matrices ont été expertisés. Ces essais ont été réalisés sur la presse de l'ARDEM (Aubert et Duval, site de Pamiers) qui permet d'appliquer des efforts normaux jusqu'à 300 tonnes (Figure 74).

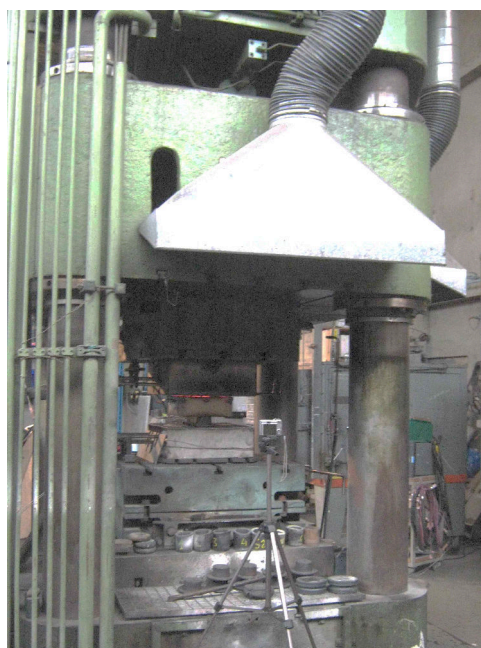


Figure 74 : Photo de la presse 300T de l'ARDEM (Aubert et Duval, Pamiers).

## 2. 1. Essais de type poinçon

Le principe de l'essai de type poinçon est présenté sur la Figure 75. Les lopins sont en Inconel 718®, un superalliage base nickel. Ils sont enverrés et préchauffés à 1000 °C. Avant et entre chaque opération de poinçonnage, le poinçon est préchauffé à 400 °C et lubrifié à l'aide d'une solution graphitée. Trois types de poinçons ont été étudiés :

- AD820 non rechargé,
- AD820 rechargé de 3 mm en Stellite 21 par procédé MIG,
- AD820 rechargé de 6 mm en Stellite 21 par procédé MIG.

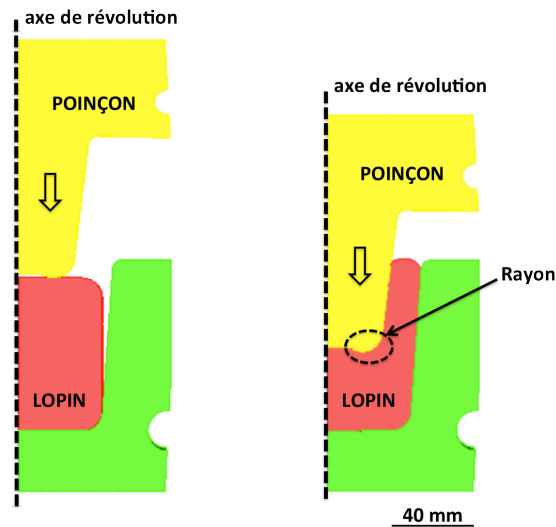


Figure 75 : Principe de l'essai ARDEM de type « poinçon ».

## 2. 2. Essais de type mini-matrice

Par rapport aux résultats obtenus avec l'essai de type poinçon, Aubert et Duval a engagé de nouvelles simulations numériques et a changé la géométrie d'essais pour se focaliser sur un endommagement « forcé » d'une zone fortement sollicitée mécaniquement qui est la zone de fuite de bavure sur la mini-matrice.

Le principe de l'essai de type mini-matrice est présenté Figure 76. Les lopins, de 120 mm de haut, sont en titane et sont chauffés à 1020 °C. Avant et entre chaque opération de matriçage, les mini-matrices sont chauffées (ou refroidies) à 450 °C et lubrifiées à l'aide d'une solution de graphite. Le tas plat supérieur est chauffé à 850 °C.

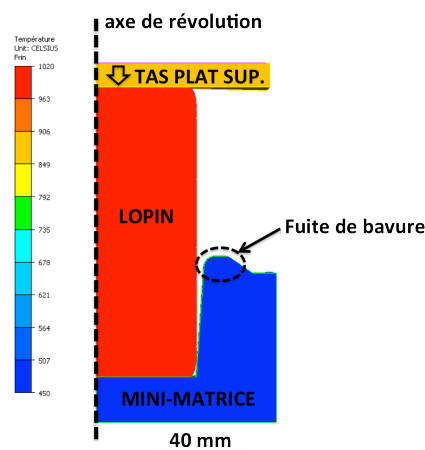


Figure 76 : Principe de l'essai ARDEM de type "mini-matrice".

### 3. Essais tribologiques

Les essais tribologiques ne permettent pas de reproduire les niveaux de sollicitations subies par les matrices industrielles au cours des opérations de forgeage. Cependant, ils permettent de créer des endommagements des rechargements comparables aux endommagements superficiels des matrices de forgeage et ainsi de caractériser les mécanismes d'endommagement.

#### 3. 1. Tribomètre fortes charges anneau sur disque

##### a. Conception et développement du tribomètre

Développé en 1998 au laboratoire de tribologie de l'ICA-Albi, ce tribomètre a été conçu afin de pouvoir travailler sous des charges normales très élevées, jusqu'à 800daN, avec la possibilité d'un mouvement de rotation continu ou alterné du disque (Figure 77\_1998-2007). Sa conception a été réalisée par la société CSTM (Conception de Systèmes et technologie Mécanique).

En 2005, ce tribomètre a été engagé sur sa première étude qui concernait le comportement tribologique de nouveaux Revêtements durs Autolubrifiants déposés par HVOF (High Velocity Oxygen Fuel) pour des Mécanismes soumis à des Déplacements Alternés en Milieu Aéronautique, dans le cadre du projet ANR-RAMDAMAERO (de 2005 à 2008). Les premiers essais avaient alors mis en évidence un débattement radial important des lignes d'arbres lors des essais sous fortes charges. Ainsi, en 2007, les lignes d'arbres ont été rigidifiées par un système de potence avec deux paliers de guidage pour limiter le débattement radial de la ligne d'arbre et mener à bien les essais (Figure 77\_à partir de 2007). Un roulement à aiguilles est placé entre le palier de guidage supérieur et l'arbre supérieur pour permettre son déplacement axial lors du montage et démontage des éprouvettes. Un roulement à billes est placé entre le palier de guidage inférieur et l'arbre inférieur pour permettre son mouvement de rotation au cours des essais. Les résultats de cette étude ont permis de valider le tribomètre.

Ces travaux de thèse sont les premiers travaux de thèse engagés sur ce tribomètre. L'application industrielle sous-jacente, le forgeage à chaud, a nécessité des modifications afin d'adapter un système de chauffage qui permette de réaliser des essais à hautes températures, définies dans le cadre du projet à 450 °C et 600 °C. Suite à la définition d'un cahier des charges, la société Thermocoax a réalisé une étude de faisabilité et conçu un four résistif trois zones, que nous avons réceptionné en août 2013 (Figure 77\_2013-2015). De nombreux problèmes techniques se sont alors enchaînés : déperdition très importante de chaleur par conduction dans les arbres du tribomètre, nécessité d'augmenter la température de consigne du four (en limite de ses capacités) pour permettre d'atteindre la température souhaitée au niveau du contact, endommagement des arbres en acier réfractaire du fait d'un échauffement trop important qui a nécessité de faire ré-usiner les lignes d'arbre ainsi que quelques pièces spécifiques (vis de serrage, ...) en Inconel, ... et enfin la zone centrale du four est tombée en panne ne permettant plus de chauffer suffisamment les éprouvettes. Suite à tous ces problèmes techniques, en octobre 2014 nous avons choisi de changer de moyen de chauffage et de passer sur un chauffage des échantillons par induction. Ce moyen de chauffage était déjà bien connu au laboratoire car déjà largement utilisé pour des études de fatigue thermique et thermomécanique et c'est également le moyen de chauffage du tribomètre pion-disque du laboratoire. Ce moyen de chauffage est opérationnel (installation générateur d'induction, fabrication d'une spire et étalonnages) depuis février 2015. De plus, un système de refroidissement des lignes d'arbres par

spires avec projection d'air a été mis en place afin de protéger les lignes d'arbres d'élévations trop importante de la température. Cette nouvelle configuration du tribomètre fortes charges (Figure 77 depuis 2015), mise en place au cours de la thèse, a permis de réaliser les essais tribologiques à hautes températures (450 °C et 600 °C).

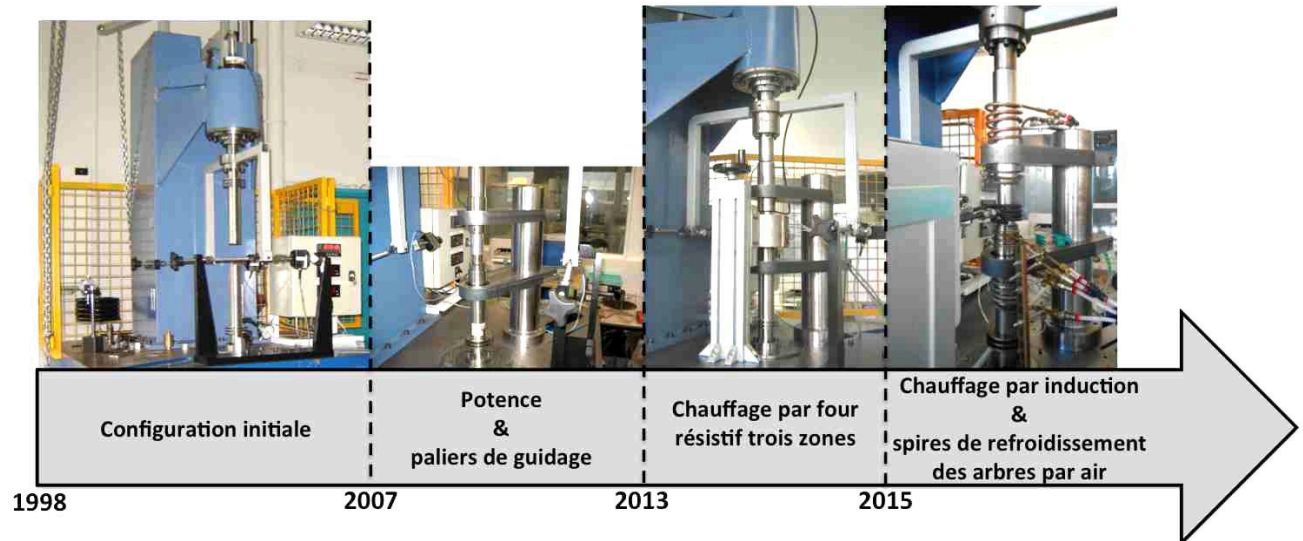


Figure 77 : Évolutions du tribomètre fortes charges.

### b. Principe de fonctionnement

Une vue d'ensemble du tribomètre dans sa configuration actuelle, une schématisation du principe ainsi qu'une représentation DAO de la zone centrale du tribomètre sont respectivement présentées sur les Figure 78, Figure 79 et Figure 80.

La charge normale est appliquée par système mécanique constitué de masses mortes, d'un filin et d'une poulie qui actionne un bras de levier de rapport 10. L'anneau (pièce supérieure) est fixe alors que le disque (pièce inférieure) est mis en mouvement de rotation continue ou alternée par un moteur pas à pas Brushless de chez Kollmorguen piloté par un variateur numérique SERVOSTAR S600 via le logiciel Drive.

La configuration de contact entre l'anneau et le disque est de type linéique tore sur plan (Figure 81). La surface de contact torique de l'anneau a un rayon de 10 mm. Les échantillons sont nettoyés aux ultrasons successivement 15 minutes dans l'acétone puis 15 minutes dans l'éthanol : avant essai pour éliminer les éventuelles pollutions (fluides d'usinage) et après essai pour éliminer les débris non adhérents.

L'effort normal et les efforts tangentiels sont mesurés en continu par des capteurs à jauges de déformation placés respectivement dans l'alignement des arbres du tribomètre et dans le plan de contact par l'intermédiaire d'un bras en U. De plus, la température est mesurée par des thermocouples soudés à la surface de l'anneau. Les capteurs et les thermocouples sont connectés chacun à un module d'entrée analogique multivoies, respectivement NI-9201 et NI-9211. Ces deux modules sont montés sur un châssis NI cDAQ-9174 doté d'un conditionneur qui amplifie et convertit les signaux analogiques en signaux numériques lisibles par le logiciel d'acquisition Labview®. Au cours des essais, l'enregistrement de l'effort normal, des efforts tangentiels et de la température est ainsi réalisé de façon synchronisée, à l'aide du logiciel Labview®.

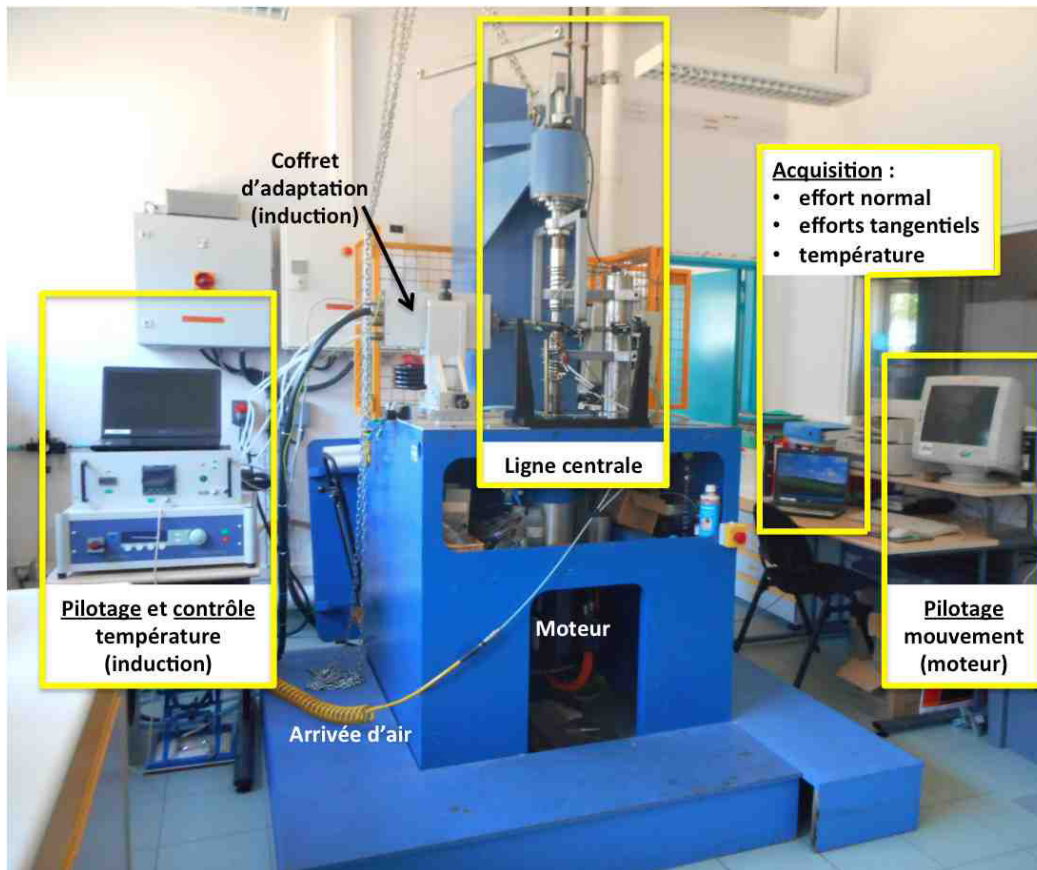


Figure 78 : Vue d'ensemble du tribomètre fortes charges dans sa configuration depuis 2015.

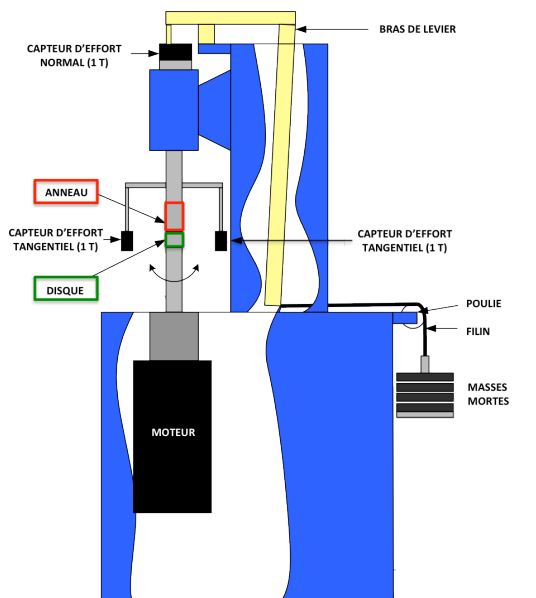
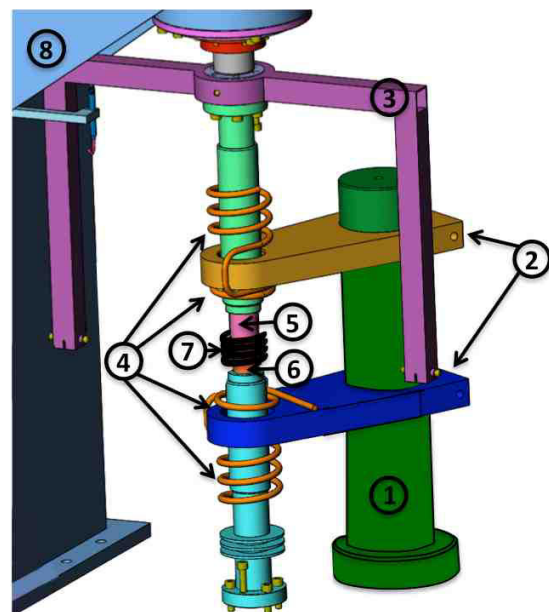


Figure 79 : Schéma du tribomètre fortes charges anneau sur disque.



1 : Potence, 2 : Paliers de guidage, 3 : Bras pour mesure efforts tangentiels, 4 : Spires de refroidissement par air, 5 : Anneau, 6 : Disque, 7 : Spire de chauffage par induction, 8 : Bâti  
 Figure 80 : Vue DAO de la zone centrale du tribomètre fortes charges.

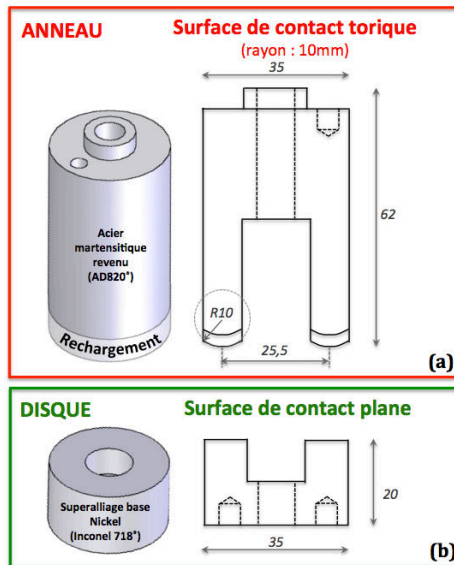


Figure 81 : Échantillons tribologiques, (a) anneau et (b) disque.

### c. Détermination du coefficient de frottement

Le coefficient de frottement ( $\mu$ ), statique de type Coulomb, est calculé à partir du rapport de l'effort tangentiel ( $T$ , effort résistant au glissement) sur l'effort normal ( $N$ ) (Équation 9).

$\mu = \frac{T}{N}$	$\mu$ : coefficient de frottement $T$ : effort tangentiel $N$ : effort normal
---------------------	---

Équation 9 : Coefficient de frottement statique de type Coulomb.

Le capteur d'effort normal est positionné dans l'alignement des éprouvettes (dans l'axe du tribomètre) et les capteurs d'efforts tangentiels sont situés dans le plan du contact entre l'anneau et le disque par l'intermédiaire d'un bras (Figure 82). Un schéma des efforts en cours d'essai, vue de dessus dans l'axe du tribomètre, est présenté sur la Figure 83. Selon la configuration du tribomètre fortes charges, le calcul du coefficient de frottement est obtenu suivant l'Équation 10. Les efforts tangentiels sont déduits des efforts mesurés par les capteurs 2 et 3 (en retirant leurs valeurs de pré-charges respectives) via une correction du bras de levier de longueur «  $b$  » et du rayon moyen de frottement «  $a$  ». L'effort normal est mesuré par le capteur 1.



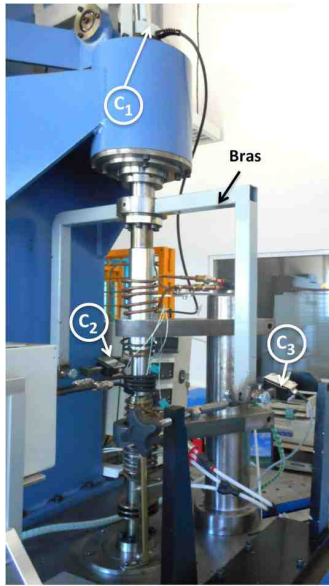
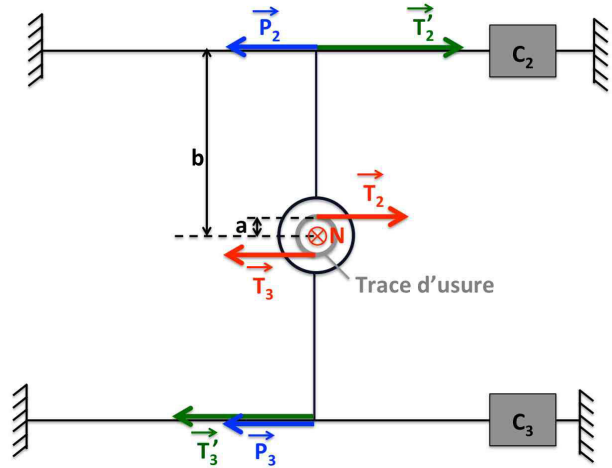


Figure 82 : Positionnement des capteurs d'efforts normal (C1) et tangentiels (C2 et C3).



**b** : bras de levier, **a** : rayon moyen de frottement,  $\vec{T}_2$  et  $\vec{T}_3$  : efforts tangentiels, **N** : effort normal,  $\vec{P}_2$  et  $\vec{P}_3$  : pré-charges avant essai respectivement pour le capteur 2 et le capteur 3,  $\vec{T}'_2$  et  $\vec{T}'_3$  : efforts tangentiels mesurés en cours d'essais respectivement par le capteur 2 et le capteur 3.

Figure 83 : Vue schématique dans l'axe du tribomètre.

$\mu = \frac{b}{a} \times \left[ \left  \frac{T'_2 - P_2}{N} \right  + \left  \frac{T'_3 - P_3}{N} \right  \right]$ <p style="text-align: center;">soit :</p> $\mu = \frac{b}{a} \times \left[ \left  \frac{C_2 - C_{2\_préch}}{C_1} \right  + \left  \frac{C_3 - C_{3\_préch}}{C_1} \right  \right]$	<p><b>b</b> : bras de levier (= 240 mm)  <b>a</b> : rayon moyen de frottement (= 13 mm)  <b>N</b> : effort normal  <b>T'<sub>2</sub></b> et <b>T'<sub>3</sub></b> : efforts tangentiels via le bras de levier  <b>P<sub>2</sub></b> et <b>P<sub>3</sub></b> : pré-charges respectives des capteurs 2 et 3  <b>C<sub>1</sub></b> : effort normal mesuré par le capteur 1  <b>C<sub>2</sub></b> et <b>C<sub>3</sub></b> : efforts tangentiels mesurés par les capteurs 2 et 3 en cours d'essais  <b>C<sub>2_préch</sub></b> et <b>C<sub>3_préch</sub></b> : pré-charges respectives des capteurs 2 et 3 mesurées avant essai</p>
---	--

Équation 10 : Formule de calcul du coefficient de frottement selon la configuration du tribomètre.

### 3. 2. Échantillons

#### a. Anneaux

Les différents rechargements étudiés ont été déposés sur des plaques en acier martensitique revenu AD820 (Tableau 13) qui ont ensuite été usinées aux côtes de l'anneau de telle sorte que la surface de frottement corresponde au rechargement (Figure 84). La géométrie de contact du rechargement est de type torique avec un rayon 10 mm (Figure 81-a).

Les plaques en acier sont préchauffées avant rechargement et le refroidissement après dépôt est effectué sous couverture pour éviter d'avoir une vitesse de refroidissement de la ZAT trop importante qui formerait de la martensite fraîche. Le but est de refroidir le plus lentement possible pour former de la bainite, moins dure et donc moins fragile. Un détensionnement de 2h à 500 °C est également effectué pour réduire le niveau de dureté de la ZAT et ainsi la rendre moins fragile.

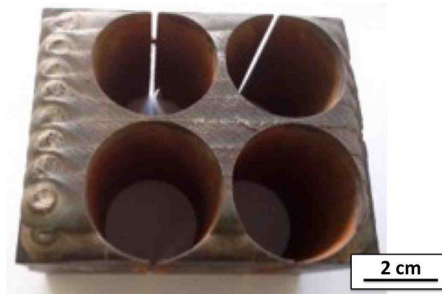


Figure 84 : Exemple de plaque en AD820 rechargée dans laquelle les anneaux tribologiques sont usinés.

### b. Disques

Au cours des essais tribologiques, les rechargements frottent contre un disque en Inconel 718® (Tableau 19), un superalliage base nickel, usiné avec une surface de contact plane (Figure 81-b).

	C	Cr	Mo	Ni	Nb	Ti	Al	Fe
<b>Inconel 718</b>	0,04	18,00	3,00	Bal.	5,20	0,90	0,50	18,50

Tableau 19 : Composition chimique (%mass) des disques en Inconel 718.

*Remarque : pour faire le parallèle avec le forgeage à chaud, notons que l'anneau en AD820 rechargé représente la matrice et que le disque en Inconel 718 représente le lopin.*

### 3. 3. Définition des paramètres d'essais

Lors des essais tribologiques, quatre paramètres sont définis :

- la charge normale,
- la vitesse de rotation,
- la température,
- la durée d'essai ou distance de glissement.

Après plusieurs essais préliminaires, deux paramétries d'essais (Tableau 20) ont été retenues pour être appliquées à tous les rechargements sélectionnés au cours de l'étude. Une première paramétrie (P1) associée à une grande vitesse de glissement (80 mm/s) a été définie afin de créer un endommagement important de la surface des rechargements. La deuxième paramétrie (P2), sélectionnée en concertation avec Aubert et Duval, permet quant à elle de reproduire des sollicitations plus proches des conditions industrielles. Pour cela, la charge a été augmentée au maximum des capacités du tribomètre et la vitesse de rotation a été réduite, de façon à ce que la vitesse de glissement entre l'anneau et le disque soit du même ordre de grandeur que la vitesse de glissement entre le lopin et la matrice au cours du forgeage (de 1 à 10 mm/s). De plus, la distance de glissement a été choisie de telle sorte qu'elle corresponde à une production industrielle de l'ordre de cinquante pièces, soit à la distance cumulée des longueurs de bavures sur 50 pièces forgées. La première paramétrie a été testée à la température ambiante pour tous les rechargements de l'étude. La deuxième paramétrie a été utilisée sur tous les rechargements de l'étude à la température ambiante, à 450 °C et à 600 °C. Ainsi, le Tableau 20 présente les paramétries P1 et P2 utilisées afin d'étudier et comparer le comportement tribologique des différents couples « matériau/procédé » de rechargement de l'étude. Des essais interrompus ont également été réalisés afin d'améliorer la compréhension des phénomènes observés.



	Charge	Vitesse		Nbre de tours
	daN	mm/s	rpm	
P1	500	80	60	1800
P2	800	5	3,75	50

Tableau 20 : Paramètres des essais tribologiques.

#### 4. Récapitulatif des essais en fonction des couples matériau / procédé de rechargement

Les différents couples « matériau/procédé » de rechargement définis dans le cadre du projet FUI-ROOF environnant la thèse sont récapitulés dans le Tableau 21. Les types d'essais qui ont été réalisés pour chaque couple de rechargement sont identifiés dans ce même tableau (Tableau 21).

	Stellite 21 MIG	Stellite 21 PTA	Stellite 21 LASER	Stellite 6 PTA	Stellite 6 LASER
Traction	✓	✓		✓	✓
Flexion	✓			✓	✓
Poinçon	✓				
Mini-matrice	✓	✓	✓		
Tribologique	✓	✓	✓	✓	✓

Tableau 21 : Synthèse des types d'essais réalisés pour chaque couple "matériau/procédé" étudié dans le cadre du projet de thèse.

### III. Moyens de caractérisation

#### 1. Caractérisation de l'usure / Topographie de surface

La quantification de l'usure est déterminée par des mesures de topographie de surface réalisées avec un microscope confocal à champ étendu de type Altisurf520® de la marque Altimet. Une sonde confocale chromatique (capteur optique) de gamme de mesure 3 mm et de résolution axiale 90 nm est utilisée. Afin d'améliorer la sensibilité du capteur à la lumière réfléchie, la mesure de fond sombre est systématiquement effectuée sur chaque échantillon avant de lancer les mesures.

Pour les anneaux, des mesures de l'état de surface sont réalisées avant et après essai afin de pouvoir soustraire la forme initiale liée au rayon de courbure. Sur chaque anneau, quatre zones de dimensions 5 mm (pas de 20 µm) x 11 mm (pas de 5 µm) sont scannées. Un système de positionnement avec plots permet de replacer l'échantillon dans la même position avant et après essai afin d'analyser des zones identiques (Figure 85). Les surfaces scannées sont ensuite traitées avec le logiciel Altimap® qui permet de soustraire la surface initiale (Figure 86-a) à la surface après frottement (Figure 86-b) et d'extraire le profil d'usure (Figure 86-c). Le volume d'usure est calculé en multipliant la surface d'usure moyenne des profils d'usure par la circonférence de la trace d'usure.

Pour les disques, les mesures sont réalisées uniquement après essai sur quatre profils. Le profil de référence étant défini comme le plan de meilleur ajustement à tous les points extérieurs à la trace d'usure.

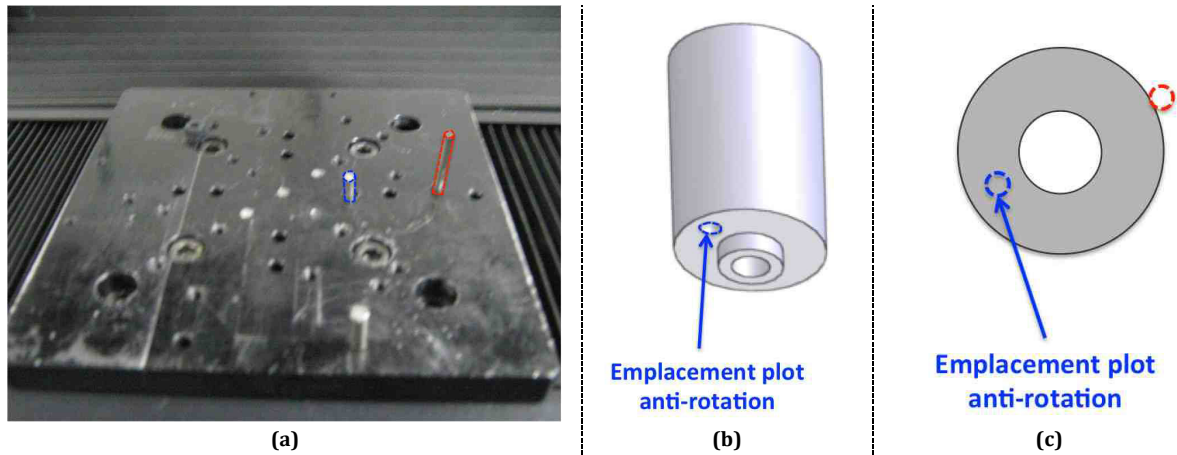


Figure 85 : Positionnement des anneaux pour la mesure de l'état de surface : (a) table de positionnement solidaire du bâti avec introduction de deux plots de fixations, (b) anneau et (c) vue de dessus de l'anneau positionné sur la table de mesure.

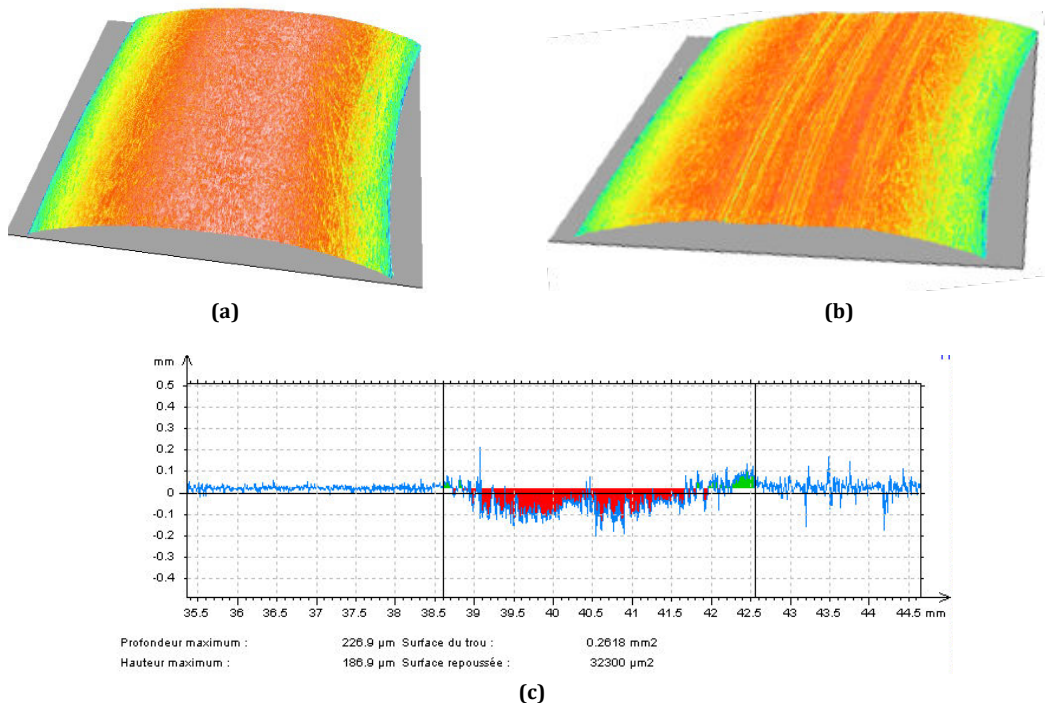


Figure 86 : Méthodologie de détermination des volumes d'usure lors des essais tribologiques : (a) surface avant essai, (b) surface après essai et (c) profil issu de la soustraction de la surface avant essai à la surface après essai.

## 2. Caractérisation microstructurale

La microstructure d'un matériau est décrite par l'ensemble des grains, des précipités et des défauts observables par microscopie optique et électronique. La caractérisation microstructurale passe par des observations au microscope optique (du millimètre au micromètre) et au microscope électronique (jusqu'au nanomètre).

## **2. 1. Préparation de surface**

Les échantillons sont découpés et enrobés à chaud dans une résine phénolique therm durcissable conductrice avec charges graphite et minérale (SiO<sub>2</sub>) (KonductoMet®) qui est recommandée pour l'analyse au MEB.

Le polissage des échantillons est réalisé de façon automatique sur une polisseuse mécanique à disques de type AutoMet250 de chez Buehler® à l'aide de papier abrasif SiC sous eau avec une granulométrie décroissante de 80 jusqu'à 1200 puis feutres chargés de pâtes diamantées et humectés au cours du polissage par des solutions contenant des suspensions diamantées avec des tailles de grains décroissantes de 9 µm jusqu'à 1 µm.

Après polissage, la microstructure des rechargements base cobalt a été révélée soit par une attaque chimique au réactif de Murakami (90 s à ébullition) afin de mettre en évidence les carbures soit par une attaque électrolytique avec une solution 50 %vol d'HCl / 50 %vol d'EtOH avec une intensité de 0,8 A pendant 20 s afin de révéler la microstructure dendritique.

## **2. 2. Observations par microscopie optique**

Les observations optiques ont principalement été utilisées pour observer l'état de surface des échantillons tribologiques et déterminer la largeur de la trace d'usure ainsi que pour observer la microstructure des échantillons. Deux microscopes ont été utilisés :

- un microscope métallographique inversé (MEF4M, Leica) équipé d'une tourelle de cinq objectifs (2,5x, 10x, 20x, 50x, 100x) avec une oculaire 10x permettant des grossissements de 25x à 1000x, associé au logiciel d'imagerie analySIS Docu (développé par Olympus).
- un microscope optique numérique (VHX-1000E, Keyence) équipé d'une caméra VHX-1100 multiscan et de deux objectifs couvrant des grossissements de 20x à 200x et de 100x à 1000x.

Le microscope numérique et le logiciel associé ont permis de mesurer des angles de réorientations des dendrites par déformation plastique qui ont permis de calculer des taux de déformation plastique par la méthode de Dautzenberg [DAUT73].

Le grandissement des microscopes optiques étant limité à environ 1000x et la profondeur de champ étant faible, des observations microstructurales à plus forts grossissements ont été réalisés sur un microscope électronique à balayage (MEB).

## **2. 3. Observations par microscopie électronique à balayage**

Le MEB-EDS a été utilisé pour obtenir des informations sur la microstructure et la déformation plastique des rechargements ainsi que sur la composition chimique des différents rechargements. Le MEB utilisé, à l'ICA-Albi, est le NOVANOSEM 450 de chez FEI couplé à un système d'analyse par spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS). La source d'électrons est un canon à émission de champs (FEG) équipé d'un système de décélération de faisceau.

Les analyses MEB reposent sur les interactions électron-matière (Figure 87) sur une « poire » d'interaction de l'ordre du micromètre cube.

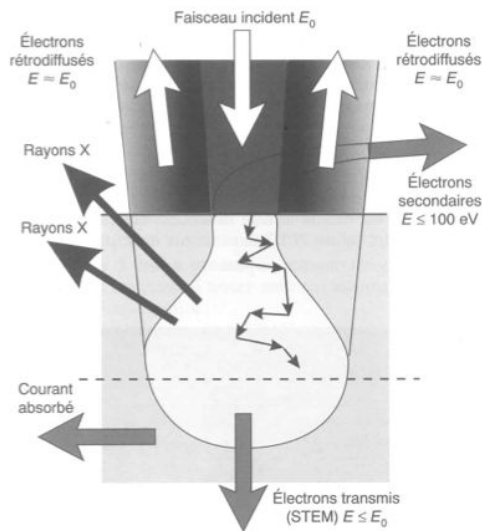


Figure 87 : Interactions électron-matière utilisables en microscopie électronique [CORN98].

### a. Microanalyse (détecteur EDS)

L'analyse chimique (microanalyse X) a été réalisée par EDS via un détecteur de rayons X qui permet de collecter les photons émis par l'échantillon sous l'impact du faisceau d'électrons primaires incidents. Le détecteur comptabilise le nombre de photons qu'il reçoit ainsi que l'énergie qui leur est associée qui est une propriété caractéristique de la nature des éléments chimiques (Figure 88). Les analyses peuvent être ponctuelles, moyennes sur une fenêtre d'analyse ou également cartographie X d'une fenêtre d'analyse. De façon systématique, afin de pouvoir comparer les résultats obtenus, les analyses EDS ont été réalisées avec une tension d'accélération du faisceau d'électrons incident de 15 kV. Notons que la tension d'accélération est un paramètre important de la microanalyse X car les électrons incidents ne pourront éjecter que des électrons d'une énergie inférieure ou égale à la leur et ainsi l'axe des abscisses du spectre d'analyse s'arrête à la valeur d'énergie qui correspond à la tension d'accélération. De plus, la quantité de photons produite dépend également de la tension d'accélération : le maximum de photons d'une énergie donnée sera produit pour une tension d'accélération 2,5 fois supérieure à l'énergie des photons.

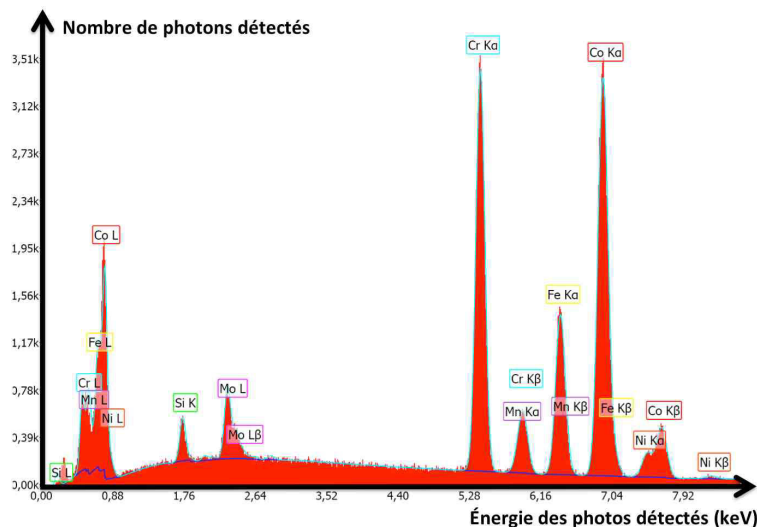


Figure 88 : Spectre EDS, représentation du nombre de photons détectés en fonction de l'énergie des photons X détectés.

### b. Imagerie conventionnelle (détecteurs SE et BSE)

En imagerie, deux types d'électrons ont été utilisés : les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés. La résolution spatiale de l'analyse est imposée par la taille de la poire d'interaction, ainsi, plus la poire d'interaction est faible, plus fine est la résolution. Les électrons secondaires sont peu énergétiques, ils ne peuvent provenir que d'une région proche de la surface (5 à 10 nm) et conduisent donc à une bonne résolution ; un détecteur d'électrons secondaires (SE ou ETD) a été utilisé pour obtenir des images en contraste topographique (Figure 89-a). Les électrons rétrodiffusés ont une énergie plus grande que les électrons secondaires et peuvent donc être libérés à une plus grande profondeur sur l'échantillon et ainsi conduire à une plus faible résolution. Le contraste varie en fonction du numéro atomique des atomes constitutifs de la zone analysée : plus l'élément est lourd (numéro atomique élevé, nombre important d'électrons/protons), plus il réémet d'électrons et ainsi plus le signal sera intense et plus l'élément apparaîtra clair sur l'image ; un détecteur d'électrons rétrodiffusés (BSE ou CBS) a été utilisé pour obtenir des images en contraste chimique (Figure 89-b).

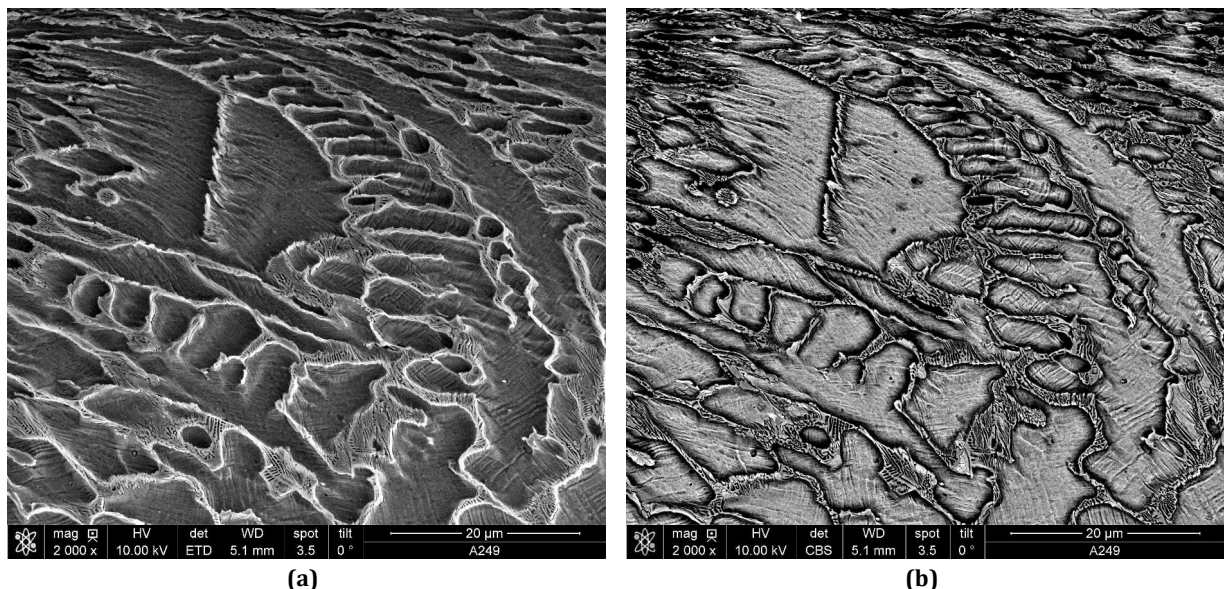


Figure 89 : Images MEB en mode : (a) SE et (b) BSE.

### c. Transmission (détecteur STEM)

De plus, un détecteur optionnel rétractable STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) permettant de réaliser des images en transmission sur des lames minces de MET a été utilisé. Grâce à ce type de détecteur (intégré au MEB) les effets de la poire d'interaction sont limités (échantillon mince) et permettent donc d'obtenir une meilleure résolution en imagerie et en analyse chimique : certains défauts (comme les dislocations et les fautes d'empilement) ont pu ainsi être observés.

La préparation des lames minces a été réalisée par le CEMES à Toulouse. Les échantillons ont été polis mécaniquement puis chimiquement dans un double jet électrolytique d'une solution de 6 % d'acide perchlorique dans du méthanol jusqu'à l'obtention d'un trou central (Figure 90). Les lames minces sont ensuite collées à la laque d'argent sur des grilles en cuivre de diamètre 3 mm. Le support d'échantillons en transmission permet de placer jusqu'à 6 échantillons en parallèle (Figure 91-a). Les échantillons sont fixés par des languettes métalliques sur un rail qui est ensuite positionné sur le bras porte-échantillon du MEB (Figure 91-b).

Les principales différences entre les analyses que nous avons réalisées sur le MEB en mode STEM et les analyses qui sont réalisées sur un MET sont :

- la tension d'accélération : 0,5 kV à 30 kV en mode STEM contre 120 à 200 kV sur un MET classique (500 kV à 3 MV sur un MET haute tension),
- l'impossibilité d'incliner (tilter) l'échantillon par rapport au faisceau incident sur le MEB contrairement au MET,
- pas de mode « diffraction » sur le STEM.

Notons que les images qui seront présentées dans ce travail ont été réalisées avec une tension d'accélération de 25 kV et une taille de spot 4. Elles ont été réalisées en champ clair (en anglais Bright Field : BF), c'est-à-dire que l'on récupère le faisceau transmis. Aussi, sur les images qui seront présentées en BF-STEM :

- plus l'échantillon est mince, moins il absorbe le rayonnement et donc plus il apparaît clair (les trous apparaissent blancs),
- plus l'élément analysé est « léger » (Z faible), moins il absorbe le rayonnement et moins il diffuse les électrons à grand angle et ainsi, plus il apparaît clair,
- les défauts (dislocations, fautes d'empilements) diffractent et apparaissent plus foncés.

Au contraire, en champ sombre on aurait récupéré le faisceau diffracté (en anglais Dark Field : DF) et obtenu une inversion des couleurs par rapport au BF.

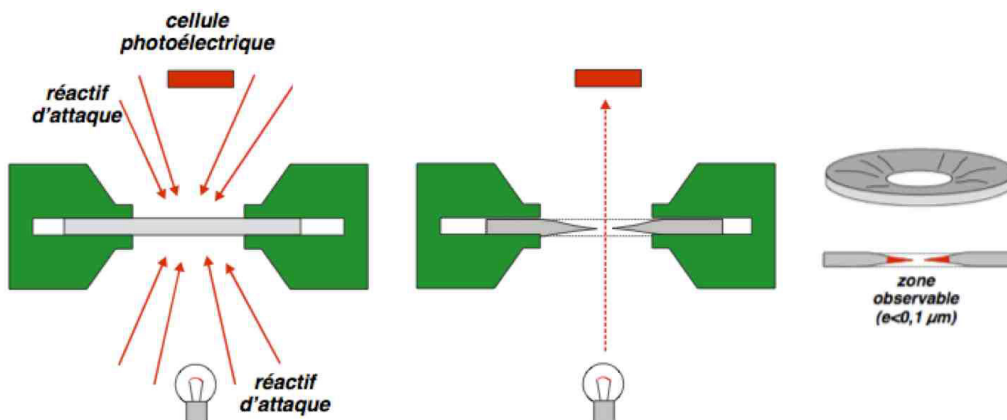


Figure 90 : Technique d'obtention du trou sur une lame mince par amincissement chimique : un réactif d'attaque est projeté de part et d'autre de la lame mince jusqu'à l'obtention d'un trou central.



(a)



(b)

Figure 91 : (a) mise en place des échantillons sur le rail six positions puis (b) positionnement du rail sur le bras porte-échantillon du MEB adapté aux analyses en transmission (mode STEM).

### 3. Caractérisation de la structure cristallographique

La caractérisation microstructurale a été complétée par des analyses par diffraction de rayons X (DRX) pour étudier la structure cristallographique. Les modifications structurales sous sollicitations tribologiques ont été caractérisées par diffraction de rayons X (DRX) et par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Les analyses par DRX ont permis d'accéder à une mesure globale de la nature des phases et des orientations cristallines en surface sur des épaisseurs de l'ordre de 15 µm et les analyses EBSD ont été réalisées dans l'objectif d'affiner les résultats DRX en se focalisant sur le gradient de modifications microstructurales, la transformation de phase CFC → HC et l'orientation préférentielle des grains, en coupe dans les 100 premiers micromètres sous la surface de frottement.

#### 3. 1. Diffraction de rayons X (DRX)

Les analyses par DRX reposent sur les interactions rayons X – matière. Lorsqu'un faisceau de rayons X entre en contact avec la matière, ils vont interagir : le faisceau peut être transmis, absorbé ou diffracté. Lorsqu'un faisceau de rayons X est envoyé sur un cristal, les plans cristallographiques vont réfléchir les rayons avec formation d'interférences liées à la différence de marche des rayons X diffractés par deux plans voisins. Lorsque la différence de marche est égale à un multiple de la longueur d'onde, on observe une interférence constructive : c'est la loi de Bragg (Équation 11, Figure 92). La mesure et l'enregistrement de l'intensité diffractée sont réalisés en fonction de l'angle  $2\theta$  entre le faisceau incident et le faisceau diffracté. Après un balayage en  $2\theta$ , un spectre de diffraction est obtenu. Ce spectre est appelé diffractogramme. Chaque pic (ou raie) observé(e) est caractéristique d'une famille de plans cristallographiques  $\{hkl\}$  de l'espèce diffractante (Figure 93).

$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta$	<p><math>n</math> : ordre de diffraction (nombre entier positif)</p> <p><math>\lambda</math> : longueur d'onde des rayons X incidents</p> <p><math>d_{hkl}</math> : distance interréticulaire de la famille de plans cristallins diffractant <math>\{hkl\}</math></p> <p><math>\theta</math> : angle de Bragg (demi-angle de déviation entre le faisceau incident et la direction du détecteur).</p>
---	--

Équation 11 : Loi de Bragg.

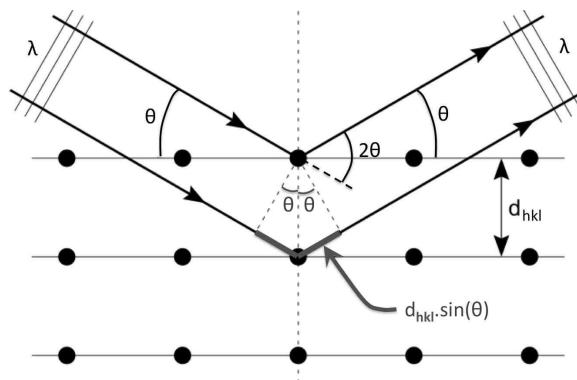


Figure 92 : Famille de plans cristallins en conditions de Bragg.



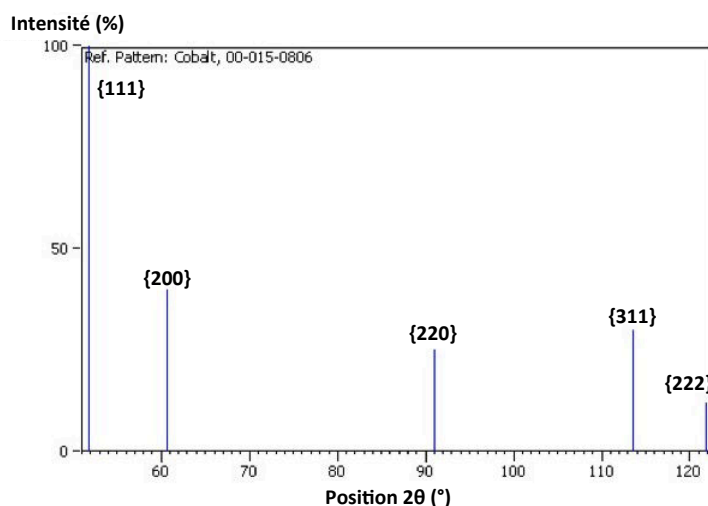


Figure 93 : Exemple de diffractogramme issu de la fiche de référence JCPDS 15-806, cas du cobalt CFC avec un tube à RX au Co ( $\lambda_{K\alpha 1}(\text{Co}) = 1,789 \text{ \AA}$ ).

Un diffractomètre PANalytical X'Pert Pro a été utilisé pour réaliser l'ensemble des analyses par DRX. La source à rayons X choisie est une anticathode de cobalt ( $\lambda_{K\alpha 1} = 1,789 \text{ \AA}$ ) avec un filtre incident de fer pour limiter les effets de fluorescence des rechargements à base de cobalt. Afin de localiser l'analyse à la trace d'usure, sur les échantillons « après frottement », un cache a été utilisé (Figure 94). Ce dernier, quasi-amorphe, ne diffracte pas dans la zone d'analyse et n'est pas transparent aux rayons X.

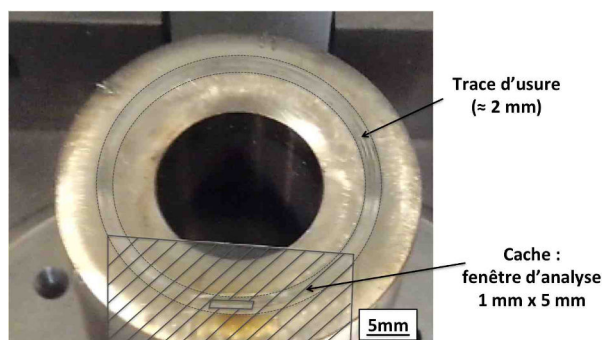


Figure 94 : Configuration des analyses par DRX avec cache pour analyser sélectivement la trace d'usure.

#### a. Identification des phases cristallines

Les analyses ont été effectuées en configuration  $\theta$ - $\theta$  : l'échantillon (horizontal) reste fixe alors que le tube et le détecteur bougent de manière symétrique d'un angle  $\theta$ . Ces analyses ont permis d'identifier la nature des phases cristallines en comparant les diffractogrammes obtenus avec les fiches de référence JCPDS. Les mesures ont été effectuées en surface des échantillons, sur un porte-échantillon réglable en hauteur (MPSS) avec un détecteur rapide X'Celerator qui utilise une technologie de détection de type RTMS (Real Time Multiple Strip). Les paramètres d'acquisition sont : un domaine angulaire en  $2\theta$  compris entre  $35^\circ$  et  $125^\circ$ , un pas de mesure de  $0,03^\circ$  et un temps de comptage de 500 s par pas. La configuration  $\theta$ - $\theta$  utilisée pour l'identification de phase est présentée en Figure 95.



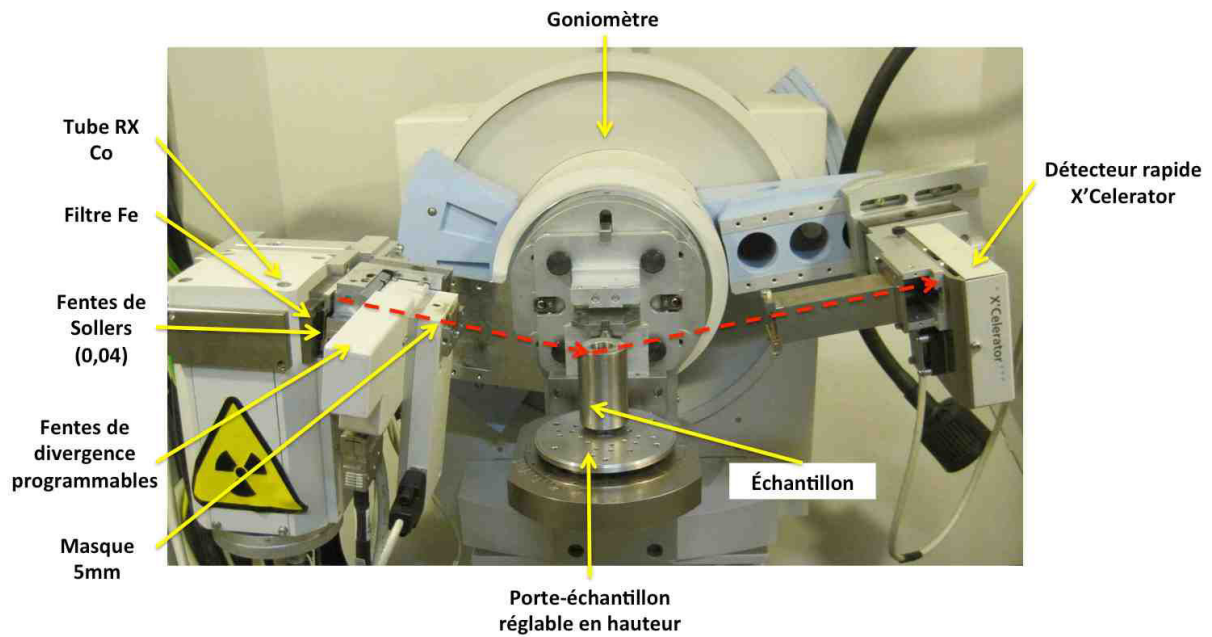


Figure 95 : Configuration utilisée pour l'identification de phase (θ-θ).

La profondeur analysée se calcule selon l'Équation 12 et dépend de l'angle d'incidence du faisceau, du coefficient d'absorption massique et de la masse volumique du matériau analysé. Le coefficient d'absorption massique ( $\frac{\mu}{\rho}$ ) dépend du numéro atomique (Z) des éléments constitutifs du matériau analysé et de l'énergie du rayonnement incident (Figure 96) [HUBB89]. Les calculs pour les matériaux de rechargement de l'étude (Stellite 21 et Stellite 6) ont été réalisés à l'aide de la fonction MAC (Mass Attenuation Coefficient) calculator du logiciel PANalytical X'Pert HighScore, en fournissant les valeurs d'entrées d'angle d'incidence, de densité et de composition chimique du matériau (Figure 97). La profondeur moyenne analysée est comparable entre les différents rechargements de l'étude, de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ . Notons que l'augmentation de la teneur en fer dans les rechargements lors du dépôt, par phénomène de dilution, n'entraîne qu'une faible augmentation de la profondeur moyenne analysée de 2,5  $\mu\text{m}$  pour 30 %mass de fer.

$P = \frac{\sin \theta}{\left(\frac{\mu}{\rho}\right) \times \rho}$	<p><b>P</b> : profondeur analysée (cm)  <b>θ</b> : angle d'incidence du faisceau  <math>\frac{\mu}{\rho}</math> : coefficient d'absorption massique (cm<sup>2</sup>/g)  <b>ρ</b> : la masse volumique du matériau analysé (g/cm<sup>3</sup>)</p>
---	--

Équation 12 : Formule de calcul de la profondeur analysée.

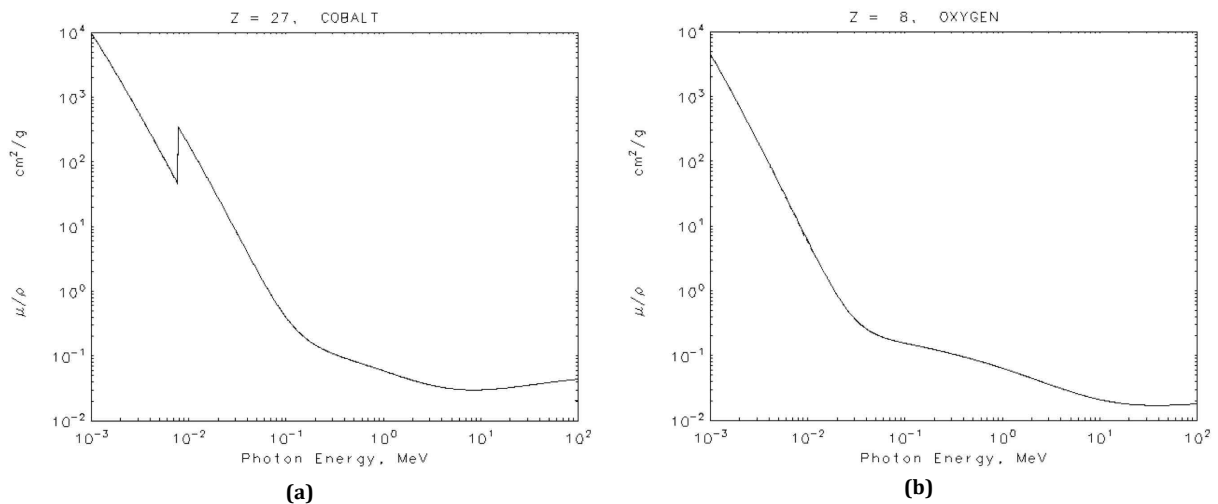


Figure 96 : Coefficient d'absorption massique en fonction de l'énergie du faisceau incident, pour (a) le cobalt et (b) l'oxygène.

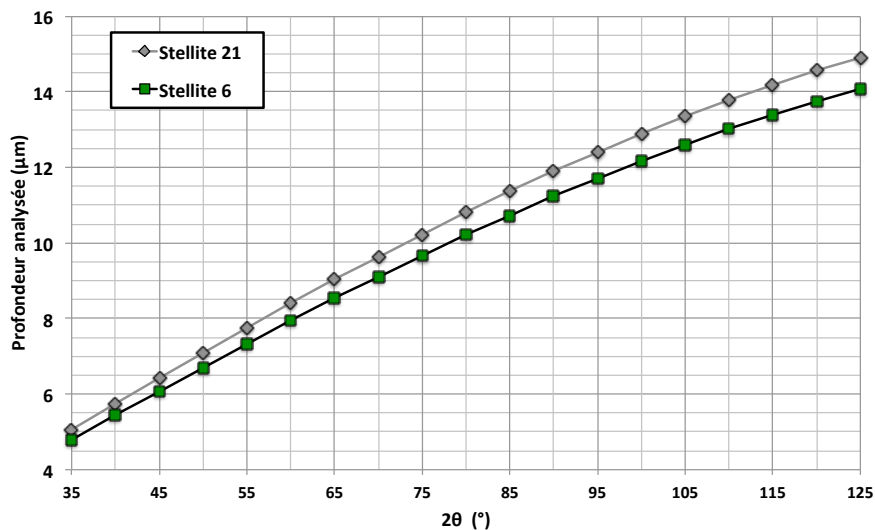


Figure 97 : Profondeur analysée (μm) en fonction de l'angle d'incidence (°) pour un scan  $\theta$ - $\theta$ .

L'étude des diffractogrammes, position et intensité des raies de diffraction, a permis de déterminer la nature des phases en présence dans les échantillons par comparaison avec les fiches de références JCPDS. Une fois le réseau déterminé, les positions angulaires des raies permettent de calculer les distances interréticulaires des plans atomiques diffractant et ainsi d'accéder aux paramètres de maille. De plus, la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction donne des informations sur les défauts structuraux présents dans le matériau (dislocations, défauts d'empilement) et la comparaison de l'intensité relative des pics de diffraction mesurés par rapport à la fiche de référence donne des informations concernant d'éventuelles orientations préférentielles présentes au sein du matériau analysé.

### b. Quantification par la méthode de Rietveld

Les scans  $\theta$ - $\theta$  réalisés pour l'identification des phases ont également été utilisés pour quantifier la transformation de phase  $\text{CFC} \rightarrow \text{HC}$  par la méthode de Rietveld, développée en 1969 par le cristallographe néerlandais Hugo Rietveld [RIET69].

Cette méthode consiste à simuler un diffractogramme à partir d'un modèle cristallographique du matériau analysé, puis à ajuster les paramètres du modèle, par minimisation des moindres carrés, afin que le diffractogramme simulé soit le plus proche

possible du diffractogramme mesuré. Notons que c'est une méthode d'affinement de structure et non de détermination de structure. En effet, les prérequis pour ce type d'analyse sont d'avoir entièrement identifié le diffractogramme et de connaître la structure cristalline des phases en présence : symétries et positions atomiques, facteur d'agitation thermique, sites d'occupation et paramètres du réseau cristallin. Ces informations sont regroupées sous la forme de fichiers .CIF (Crystallographic Information File) qui ont été téléchargés à partir de la base de données cristallographique nommée COD (Crystallographic Open Database), ouverte en ligne à l'adresse : <http://www.crystallography.net/>. Le logiciel High Score Plus a été utilisé pour réaliser cet affinement Rietveld.

La fonction minimisée, aussi appelée résidu (Équation 13), tient compte des intensités calculées ( $Y_{c_i}$ ), des intensités mesurées ( $Y_i$ ) et du poids ( $w_i$ ) associé à l'intensité  $Y_i$  ( $w_i = \frac{1}{Y_i}$ ). Chaque contribution  $Y_{c_i}$  est obtenue par la sommation des différentes contributions de Bragg et du fond continu selon l'Équation 14.

$R = \sum_i w_i (Y_i - Y_{c_i})^2$	<p><b>R</b> : résidu</p> <p><b>w<sub>i</sub></b> : poids associé à l'intensité i (<math>w_i = \frac{1}{Y_i}</math>).</p> <p><b>Y<sub>i</sub></b> : intensité mesurée</p> <p><b>Y<sub>c<sub>i</sub></sub></b> : intensité calculée</p>
------------------------------------	---

**Équation 13 : Minimisation de la différence des intensités calculées et mesurées par méthode des moindres carrés.**

$Y_{c_i} = Y_{b_i} + \sum_{\phi=1}^N S_{\phi} \times \sum_k j_{\phi_k} \cdot Lp_{\phi_k} \cdot O_{\phi_k} \cdot  F_{\phi_k} ^2 \cdot \Omega_{\phi_k}$
<p><b>Y<sub>c<sub>i</sub></sub></b> : intensité calculée à la position <math>2\theta = i</math></p> <p><b>Y<sub>b<sub>i</sub></sub></b> : intensité du bruit de fond à la position <math>2\theta = i</math></p> <p><b>S<sub>φ</sub></b> : facteur d'échelle de la phase φ</p> <p><b>j<sub>φ<sub>k</sub></sub></b> : facteur de multiplicité de la k<sup>ième</sup> raie de diffraction de la phase φ</p> <p><b>Lp<sub>φ<sub>k</sub></sub></b> : facteur de Lorentz-Polarisation de la k<sup>ième</sup> raie de diffraction de la phase φ (constante expérimentale)</p> <p><b>O<sub>φ<sub>k</sub></sub></b> : orientation préférentielle de la k<sup>ième</sup> raie de diffraction de la phase φ</p> <p><b>F<sub>φ<sub>k</sub></sub></b> : facteur de structure de la k<sup>ième</sup> raie de diffraction de la phase φ</p> <p><b>Ω<sub>φ<sub>k</sub></sub></b> : fonction de profil de la k<sup>ième</sup> raie de diffraction de la phase φ</p>

**Équation 14 : Expression de l'intensité calculée.**

### c. Étude de l'orientation cristallographique

Les mesures d'orientation cristallographique consistent à déterminer l'orientation de plans cristallographiques donnés dans le matériau. Pour avoir une information statistique, la zone d'analyse doit contenir un grand nombre de grains.

Une première approche de l'orientation cristallographique a été réalisée via les scans classique  $\theta$ - $\theta$  en s'intéressant aux ratios d'intensité des différents plans cristallographique par comparaison avec les ratios d'intensités obtenus sur les fiches de référence JCPDS. Notons que dans le cas des analyses  $\theta$ - $\theta$ , seuls les plans parallèles à la surface d'analyse sont observés.

Afin de confirmer les orientations préférentielles suggérées par les scans  $\theta$ - $\theta$ , des figures

de pôles ont été réalisées. Le principe consiste à fixer l'angle incident, correspondant à l'angle de diffraction du plan cristallographique souhaité puis, l'échantillon est analysé selon différentes orientations en faisant varier les angles  $\varphi$  (PHI) et  $\psi$  (PSI) (Figure 98a). La cartographie de l'intensité  $I(\varphi, \psi)$  diffractée par une famille de plans donnera alors une information sur les orientations des grains (Figure 98b).

La configuration utilisée pour les mesures de figures de pôles est présentée en Figure 99. Les mesures ont été réalisées sur un porte-échantillon de type berceau d'Euler. Côté incident, le faisceau est corrigé par des fentes divergentes programmables, afin de garder une surface d'analyse constante, en compensant l'inclinaison  $\psi$  du porte échantillon au cours de la mesure. Côté diffracté, le faisceau traverse un collimateur à lames parallèles (en anglais PPC : Parallel Plate Collimator), ayant une distance entre lames telle que l'angle d'acceptation équatorial soit de  $0,18^\circ$ , de façon à éliminer les rayons divergents du faisceau diffracté avant d'être collecté par un détecteur proportionnel PW3011/20. Le pas de mesure en  $\varphi$  (de  $0^\circ$  à  $360^\circ$ ) et en  $\psi$  (de  $0^\circ$  à  $75^\circ$ ) sont de  $3^\circ$  et le temps d'acquisition est de 4 secondes par couple ( $\varphi, \psi$ ). Une mesure du bruit de fond est effectuée pour chaque inclinaison ( $\psi$ ) avec un angle d'incidence de  $+4^\circ$  et  $-4^\circ$  par rapport à l'angle d'incidence de mesure de la figure de pôle (pas d'autre pic de diffraction à ces angles là) avec un angle fixe  $\varphi = 0$  (le bruit de fond est considéré identique pour tous les  $\varphi$  d'un même angle d'inclinaison  $\psi$ ). De plus, une mesure de défocalisation est réalisée de façon à corriger la chute d'intensité liée à l'inclinaison de l'échantillon et donc à la défocalisation du faisceau à la surface de l'échantillon.

Les données sont exploitées avec le logiciel X'Pert Texture de PANalytical. Les figures de pôles qui seront présentées correspondent aux figures de pôles mesurées et corrigées de leur bruit de fond et de la défocalisation du faisceau. De plus, les intensités sont normalisées, c'est-à-dire divisées par un facteur de normalisation qui est défini comme l'intensité totale de la figure de pôle divisée par la surface. Les familles de plan  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  et  $\{220\}$  ont été analysées dans le cas du cobalt CFC et les familles de plan  $\{10\bar{1}0\}$  et  $\{0002\}$  ont été analysées dans le cas du cobalt HC.

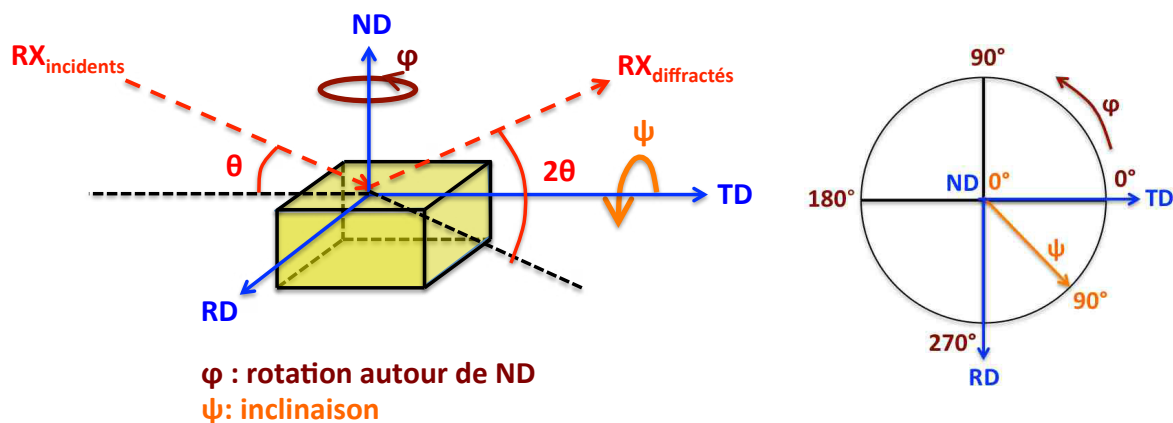


Figure 98 : Schéma du principe de mesure de figures de pôles (a) et cartographie d'intensité  $I(\varphi, \psi)$  associée.

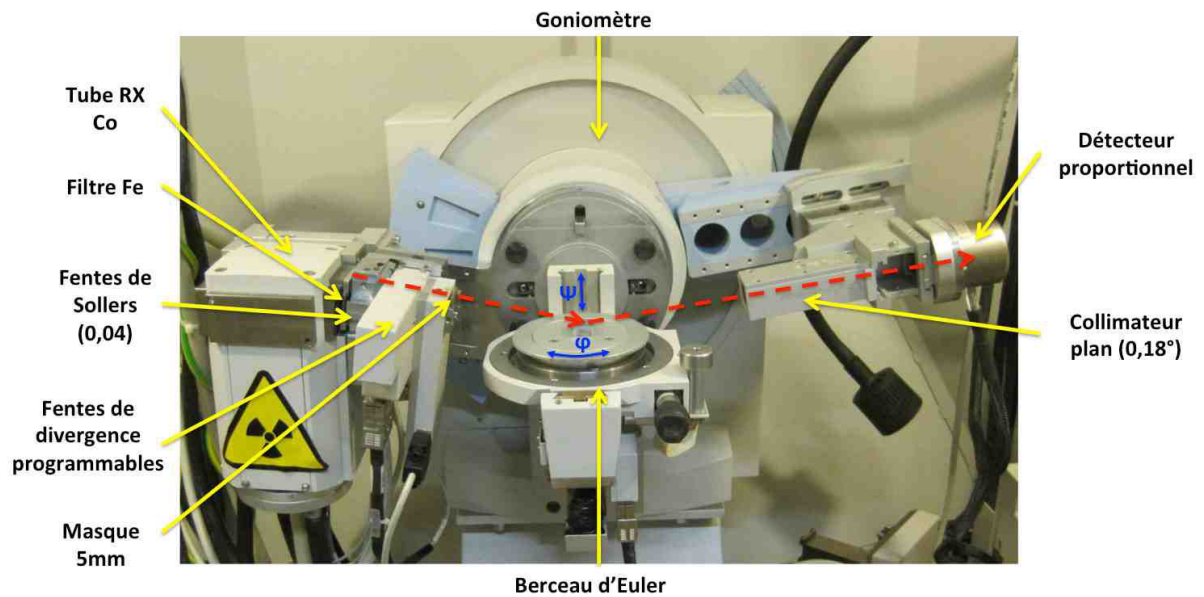


Figure 99 : Configuration DRX pour mesures de figures de pôles.

### 3. 2. Electron Backscatter Diffraction (EBSD)

La diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) est une technique de caractérisation cristallographique à l'échelle locale. Elle permet de corréler des informations spatiales avec des informations sur la nature et l'orientation des phases cristallines. Ces analyses ont été réalisées par la société ELEMCA à Toulouse. Les observations ont été réalisées sur un EBSD implanté dans un MEB FEG (Field Emission Gun) modèle SUPRA VP 55 (ZEISS) et l'exploitation des données EBSD a été réalisée par les logiciels Aztec® (indexation), Mambo® (figures de pôles et figures de pôles inverses) et Tango® (création des différentes cartographies) d'Oxford instruments.

Les paramètres d'analyses sont les suivants : angle d'inclinaison  $70^\circ$ , haute tension 20 kV, distance de travail d'environ 15 mm. Du fait de l'érouissage intrinsèque du matériau lié à la déformation plastique importante sous sollicitations tribologiques, d'importantes difficultés d'indexations ont été rencontrées.

#### a. Principe

Un faisceau d'électrons incidents focalisés est envoyé en un point donné (position donnée) sur l'échantillon qui est incliné de  $70^\circ$  par rapport à l'incidence normale. L'inclinaison à  $70^\circ$  permet de maximiser l'émission d'électrons rétrodiffusés pour améliorer le rapport signal/bruit. Les électrons rétrodiffusés forment des cônes de diffraction qui sont recueillis sur un écran fluorescent placé devant une caméra et donnant un diagramme constitué de bandes de Kikuchi (Figure 100). L'indexation du diagramme de diffraction permet de déterminer la cristallographie locale de l'échantillon. Des cartographies sont réalisables en déplaçant le faisceau électronique selon le pas de mesure choisi.

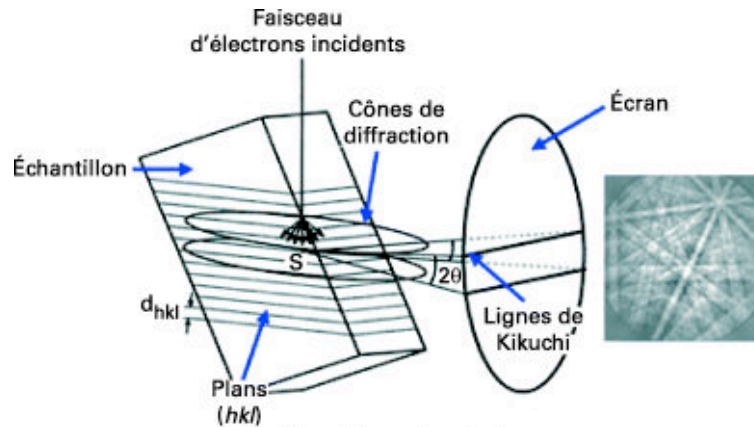


Figure 100 : Schéma de principe de la technique EBSD, formation de bandes de Kikuchi liées aux cônes de diffraction des plans  $\{hkl\}$  du cristal.

#### b. Préparation des échantillons

Les échantillons ont été prélevés parallèlement à la direction de frottement, enrobés et polis mécaniquement en mode automatique sur papier SiC de granulométrie décroissante (de 80 à 1200) puis sur feutre avec pâtes et suspensions diamantées de  $6\ \mu\text{m}$  à  $\frac{1}{4}\ \mu\text{m}$ . Afin de minimiser l'écaillage superficiel dû au polissage, une dernière étape de polissage vibratoire avec silice colloïdale est réalisée pendant une durée de 8 h.

## 4. Conclusion

L'ensemble des moyens de caractérisations précédemment décrits ont permis d'obtenir des informations microstructurales et structurales des matériaux de rechargement à l'état initial et après sollicitations thermomécaniques et tribologiques. Le couplage caractérisations / sollicitations a permis d'amener des éléments de compréhension aux mécanismes d'endommagement des matériaux de rechargements de l'étude. Les propriétés déterminées lors des essais ainsi que les observations microstructurales et structurales font l'objet des deux prochains chapitres.



## Chapitre 3

# Caractérisation métallurgique et mécanique des matériaux de rechargement de l'étude

Dans un premier volet, ce chapitre présente les caractérisations de l'état industriel. Tout d'abord, un rechargement industriel « conventionnel », à savoir, un rechargement Stellite 21 déposé par procédé MIG sur un acier de type AD820, est caractérisé avant opérations de forgeage. Des matrices industrielles de forgeage à chaud rechargées sont également expertisées après endommagement en termes d'observations macroscopiques, microscopiques (optique et MEB) et de filiations de microdureté. Ces expertises sont réalisées sur des échantillons de matrices d'Aubert et Duval, prélevés par la société Catoire-Semi dans les zones endommagées (principalement dans les fuites de bavures). Les objectifs sont d'identifier les modes d'endommagement des matrices de forgeage à chaud rechargées, dans le cas du matricage de pièces aéronautiques. L'ensemble des matrices expertisées sont rechargées en Stellite 21 par procédé MIG.

Dans un deuxième volet, la caractérisation mécanique des rechargements de l'étude est présentée. Cette partie se décline entre la détermination des propriétés rhéologiques par des essais de traction et l'étude de l'adhérence des rechargements par des essais de flexion 4 points.

### I. Caractérisation de l'état industriel : matrices de forgeage à chaud de pièces aéronautiques rechargées en Stellite 21 par procédé MIG

L'ensemble des rechargements industriels caractérisés sont réalisés selon la consigne de soudure d'Aubert et Duval (Tableau 22) qui définit la procédure de rechargement en Stellite 21 par procédé MIG (ST21-MIG) de ses matrices : rechargements dits « conventionnels ».

	Co	Cr	W	Mo	C	Fe	Ni	Si	Mn
Stellite 21 fil fourré	bal.	28,0	-	5,0	0,27	3,5	2,4	1,3	1,0

Tableau 22 : Composition chimique nominale (%mass) du fil fourré Stellite 21 utilisé pour le rechargement des matrices de forgeage par procédé MIG (données fournisseur Soudokay).

Les valeurs moyennes des paramètres de rechargement (I, U et V) sont présentées dans le Tableau 23. Ainsi, l'énergie linéaire de soudage (Chap1-Équation 2) associée au rechargement ST21-MIG d'une matrice industrielle est d'environ 828 J/mm. Avant l'opération de soudage, les matrices sont préchauffées à 500 °C dans une étuve. Après rechargement, le refroidissement est effectué sous couverture et enfin un revenu de détensionnement à 500 °C pendant 8 h est réalisé.

I (A)	U (V)	V (mm/s)
250	28,5	8,6

Tableau 23 : Valeurs moyennes des paramètres de rechargement d'une matrice industrielle.



# 1. Caractérisation d'une matrice à l'état initial

Pour établir l'état des lieux des pratiques industrielles de rechargement actuelles (ST21-MIG), une matrice rechargée a été caractérisée métallurgiquement par macrographies, micrographies, filiations de microdureté et analyses de composition chimique, avant opérations de forgeage. Pour cela, la société Catoire-Semi a profité d'une matrice riblonnée (destinée au rebus) pour réaliser un rechargement « conventionnel », sur une partie de la matrice (Figure 101), et ainsi pouvoir y prélever des échantillons nous permettant de caractériser l'état initial, avant usinage et donc avant opérations de forgeage.

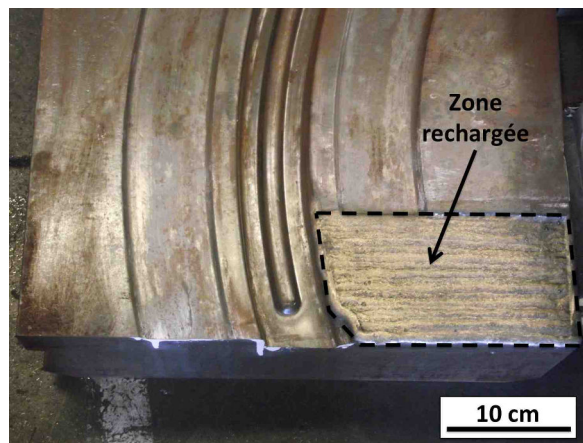


Figure 101 : Matrice industrielle partiellement rechargée en ST21-MIG.

## 1. 1. Zones de prélèvement

Quatre échantillons ont été prélevés et observés en coupes, parallèlement et perpendiculairement au sens de rechargement, sur deux zones (Figure 102) :

- une zone en « fin » de cordon de rechargement (Figure 102-repères A et B),
- une zone au « centre » du rechargement (Figure 102-repères C et D).

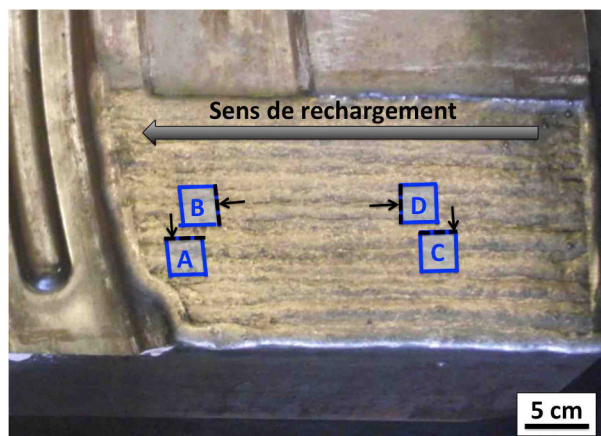


Figure 102 : Positionnement des échantillons analysés en coupes et directions d'observations.

## 1. 2. Observations macroscopiques

Les macrographies prélevées **parallèlement** au sens long du cordon de soudure (Figure 103-a et c) montrent une interface rechargement/substrat quasi-linéaire. De plus, notons qu'aucun défaut n'est mis en évidence.

Les observations macroscopiques dans la direction **perpendiculaire** au sens long des cordons de soudure (Figure 103-b et d) mettent en évidence une interface rechargement/substrat « perturbée », ceci est lié à la dilution volumique importante du substrat de base lors du passage de la torche. On peut également noter la présence de fissures (déchirures) interdendritiques dans la première couche du rechargement (Figure 103-b).

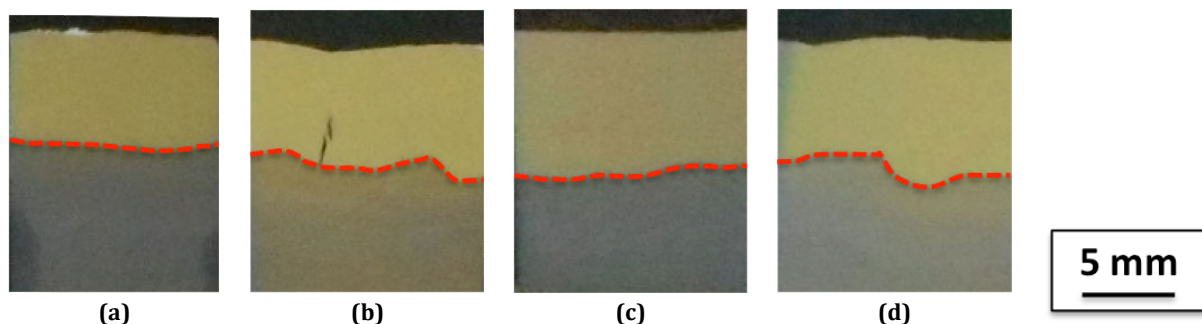


Figure 103 : Observations macroscopiques en coupe (a) coupe « A », parallèle aux cordons de soudure, (b) coupe « B », perpendiculaire aux cordons de soudure, (c) coupe « C », parallèle aux cordons de soudure et (d), coupe « D », perpendiculaire aux cordons de soudure.

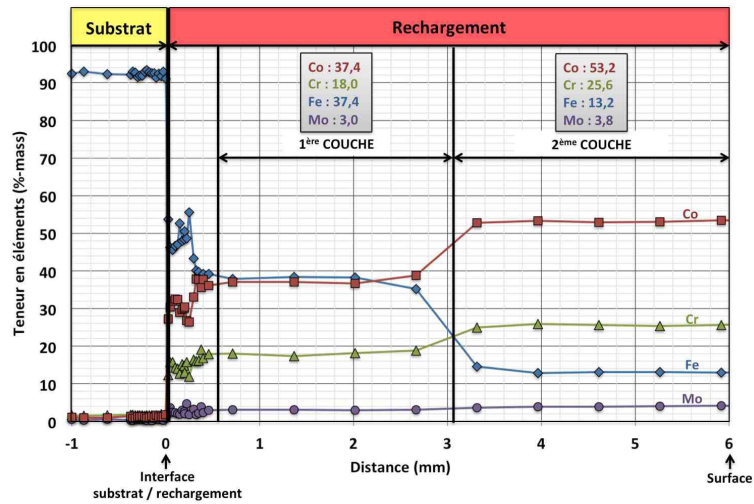
## 1. 3. Composition chimique : dilution importante du substrat dans le rechargement

Les analyses de composition chimique ont été réalisées par EDS. L'évolution des teneurs en éléments cobalt, chrome, fer et molybdène sur l'épaisseur du rechargement est présentée sur la Figure 104 pour les échantillons B et D (Figure 102). Les courbes obtenues mettent en évidence :

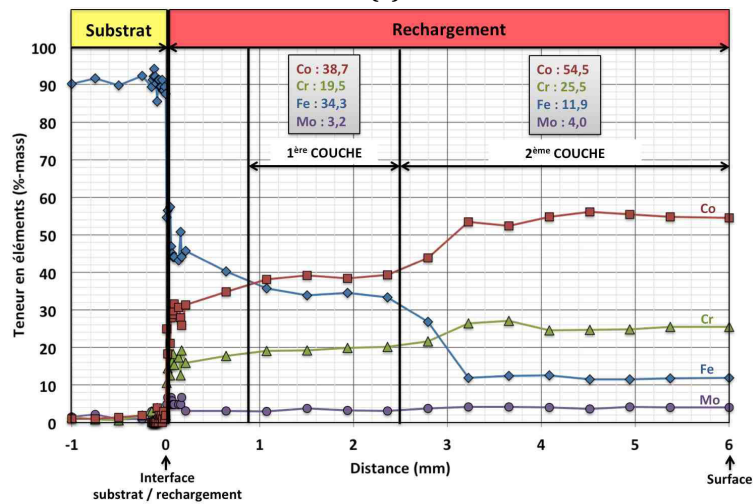
- le substrat de base
- le rechargement, constitué :
  - o d'une zone de transition à l'interface substrat/rechargement,
  - o et des deux couches déposées.

Ces analyses ne montrent pas de modification de composition chimique du substrat de base. En revanche, une **dilution importante** du substrat de base, associée à une augmentation importante de la teneur en fer est observée dans le rechargement. En effet, la teneur nominale en fer du fil fourré de Stellite 21 déposé est de 3,5 %mass alors que les teneurs mesurées dans la première et la deuxième couche sont nettement supérieures, respectivement environ 37 %mass et 13 %mass pour l'échantillon B. Inversement au fer, les éléments cobalt, molybdène et chrome ont des teneurs inférieures aux valeurs nominales. Malgré ces modifications importantes de la composition chimique nominale du matériau de rechargement déposé, notons que :

- la composition semble homogène au sein d'une même couche,
- et la composition d'une couche semble homogène sur la surface rechargée (au moins sur les deux zones étudiées).



(a)

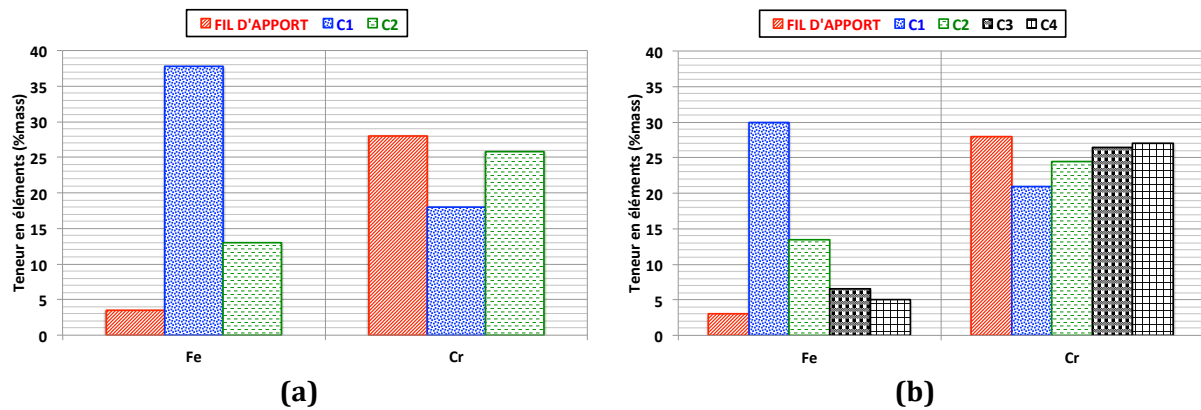


(b)

Figure 104 : Évolution des teneurs en éléments Co, Cr, Fe et Mo (%mass) en fonction de la distance à l'interface substrat/rechargement, (a) : échantillon B et (b) : échantillon D.

Ces résultats sont comparés, sur la Figure 105, à ceux donnés dans la littérature par Iordache [IORD06], qui a travaillé sur des rechargements ST21-MIG sur des blocs en acier. Ces blocs sont en 55NiCrMoV7 de dimensions 200 mm x 120 mm x 56 mm, préchauffés à 400 °C et refroidis lentement (0,2 °C/min) dans une vermiculite. Une des paramétries étudiées par Iordache conduit à une énergie linéaire de soudage de 850 J/mm, qui est donc proche de celle utilisée pour le rechargement de nos matrices industrielles (828 J/mm). De fortes similitudes de teneurs en éléments Fe (liées à la dilution) et en chrome (principal élément d'alliage des Stellites) sont observées entre les deux couches du rechargement bicouche obtenu sur notre matrice industrielle (828 J/mm) et les deux premières couches du rechargement quatre couches obtenu par Iordache (850 J/mm). En effet, Iordache observe également une teneur en fer très élevée (30 %mass) dans la première couche qui diminue au fur et à mesure des couches déposées tandis que la teneur en chrome suit une évolution opposée.

Notons que dans ses travaux, Iordache a conclu qu'il fallait déposer au minimum trois couches pour obtenir dans la dernière couche déposée une composition chimique qui soit proche de celle du matériau d'apport.

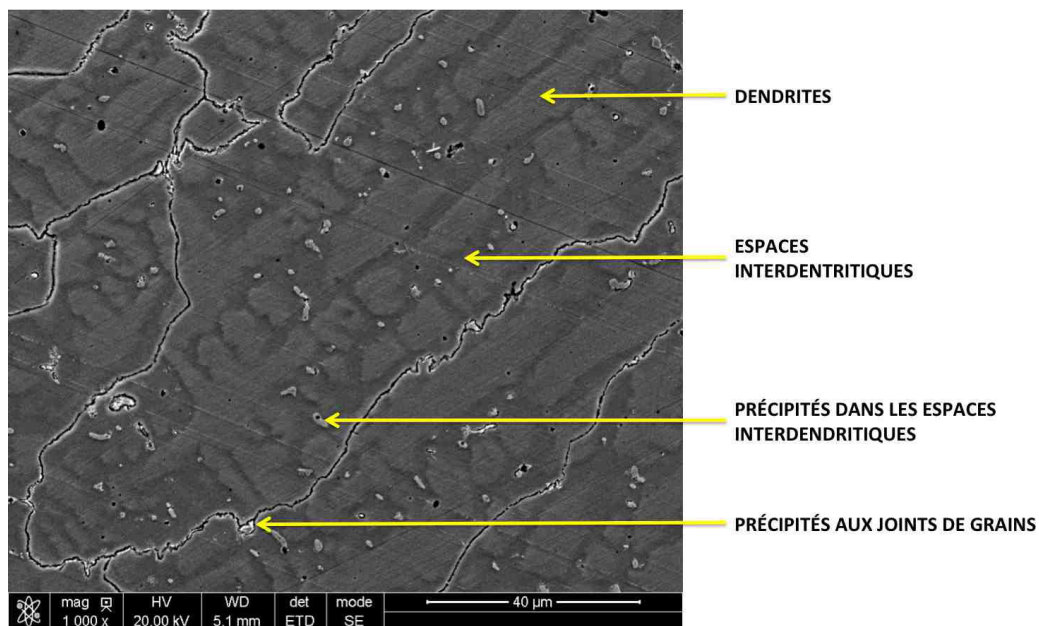


**Figure 105 : Comparaison des teneurs en Fe et Cr dans les différentes couches d'un rechargement ST21-MIG multicouche pour (a) mesures par EDS réalisées sur le rechargement bicouche d'une matrice industrielle en AD820 et (b) mesures par spectrométrie d'émission atomique réalisées sur le rechargement quatre couches d'un bloc en 55NiCrMoV7 de dimensions 200 mm x 120 mm x 56 mm [IORD06].**

#### 1. 4. Observations microstructurales

##### a. Rechargement

Les examens micrographiques permettent d'observer la microstructure dendritique caractéristique des rechargements Stellite (Figure 106) : dendrites riches en cobalt et précipités dans les espaces interdendritiques et aux joints de grains. La taille des branches dendritiques primaires est de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ . En revanche, les grains ont une largeur de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$  et leur longueur peut atteindre 1 mm.



**Figure 106 : Observation MEB (détecteur SE) : grains allongés dans lesquels les dendrites, les espaces interdendritiques et les carbures sont visibles.**

Une cartographie X (Figure 107), a permis de bien mettre en évidence les carbures interdendritiques qui sont riches en chrome et en molybdène. De plus, on a noté la présence d'oxydes d'aluminium dans les rechargements.



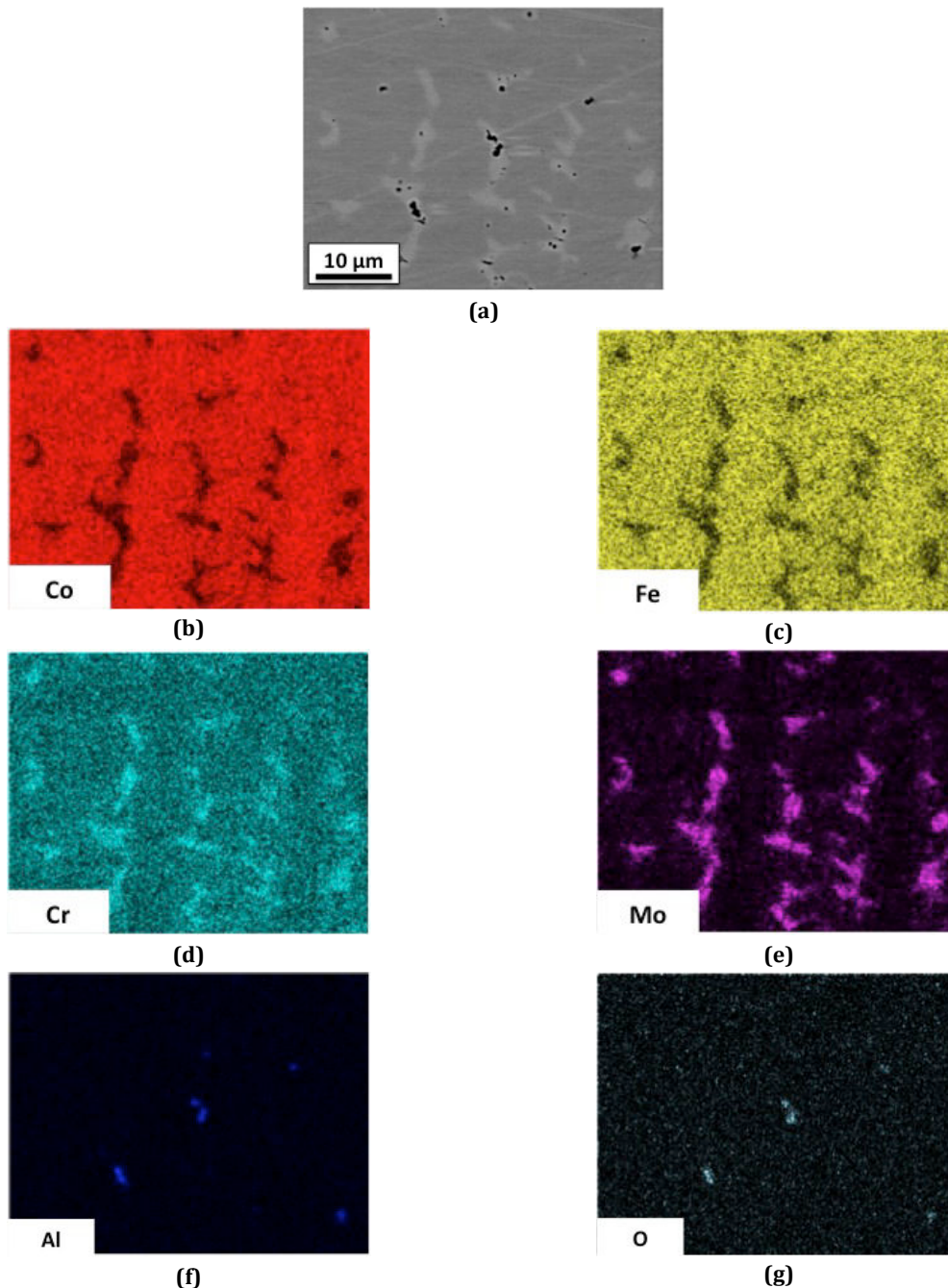
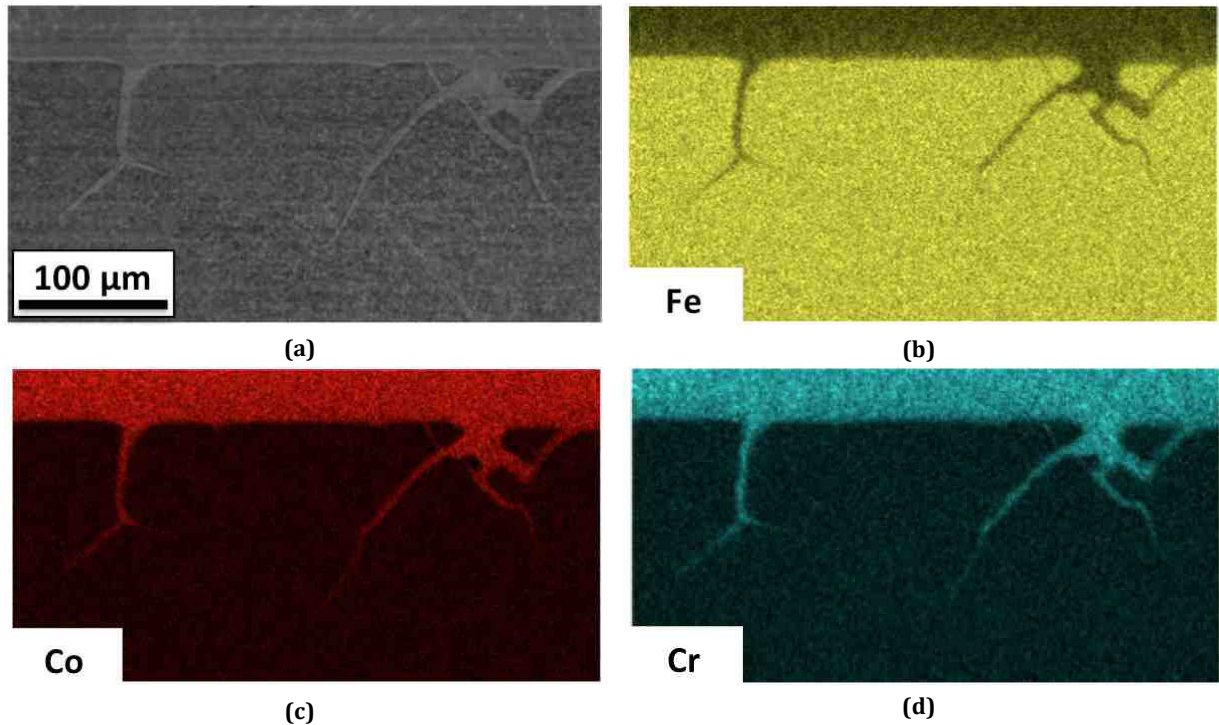


Figure 107 : Cartographie X du rechargement (ST21-MIG) : (a) image en électrons rétrodiffusés de la zone cartographiée, (b) cobalt, (c) fer, (d) chrome, (e) molybdène, (f) aluminium et (g) oxygène.

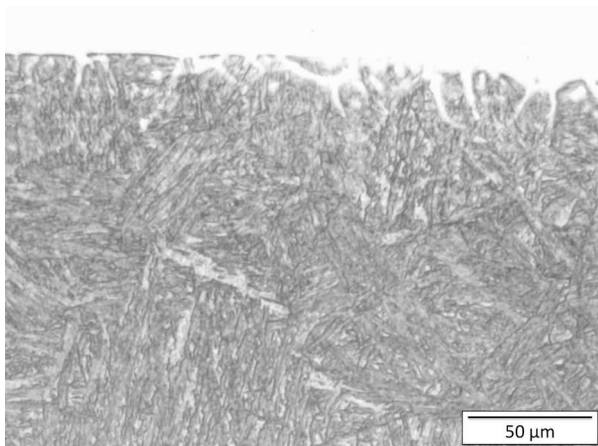
### b. Interface rechargement/substrat

L'observation microscopique de l'interface rechargement/substrat a mis en évidence des pénétrations inter-granulaires dans le substrat de base sur des épaisseurs pouvant atteindre une centaine de micromètres (Figure 108-a). Ces lignes de pénétration ont été analysées par cartographies X (Figure 108), elles correspondent à des pénétrations de Stellite dans les « anciens » joints de grains austénitiques du substrat de base.

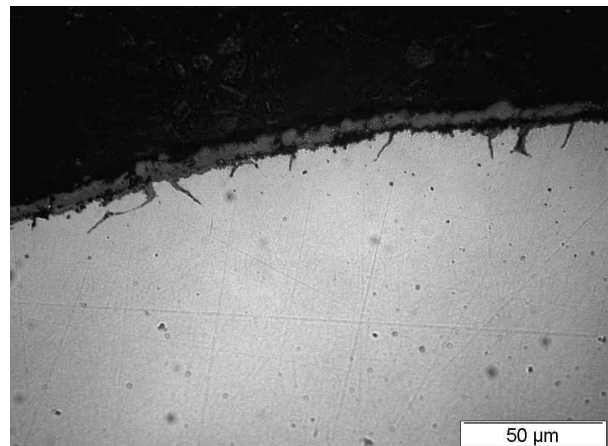


**Figure 108 : Observation de pénétrations inter-granulaires dans le substrat de base : (a) vue générale et (b), (c) et (d) cartographies X de l'interface substrat/rechargement, respectivement pour les éléments Fe, Co et Cr.**

Ce résultat a été confirmé par un essai mené sur un substrat vierge, en passant la torche (dans le cas du PTA) dans les conditions de rechargement mais sans matériau d'apport. Cet essai a montré que ces lignes de pénétration du rechargement dans le substrat étaient dues à de la fissuration thermomécanique (Figure 109, Figure 110) induite par l'énergie apportée lors du rechargement. Les fissures se « remplissent » alors du matériau d'apport en fusion. Notons que ces lignes de pénétration sont observées quel que soit le procédé de rechargement étudié (MIG, PTA ou LASER).



**Figure 109 : Interface rechargement/substrat.**



**Figure 110 : Surface du substrat après procédé PTA sans particule d'apport : fissures liées à l'énergie apportée par le procédé.**



### c. Substrat

Les analyses microscopiques du substrat (acier AD820) ont essentiellement été focalisées sur les transformations microstructurales. Les microstructures caractéristiques d'une ZAT (Chap1-II-3) sont bien observées. En effet, à l'interface rechargement/substrat, la microstructure du substrat est caractérisée par une structure bainitique (Figure 111). Au dessous de cette structure, vient ensuite une zone retrempeée très finement recristallisée qui constitue le pic de dureté de la ZAT (Figure 112). À la suite, se trouvent des structures intermédiaires ayant vu une température située entre  $Ac_1$  (début d'austénitisation) et  $Ac_3$  (fin d'austénitisation) et qui se caractérisent par une cristallisation fine localisée aux joints de grains de la matrice (Figure 113). On retrouve, enfin, le substrat de base de l'acier avec une structure martensitique ou bainito-martensitique (Figure 114).

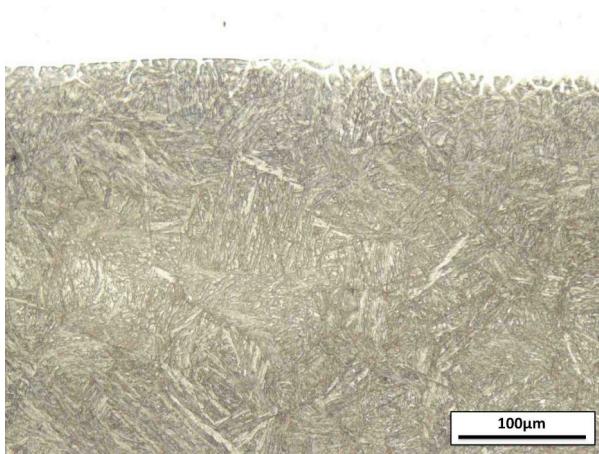


Figure 111 : Interface rechargement/substrat : structure bainitique.

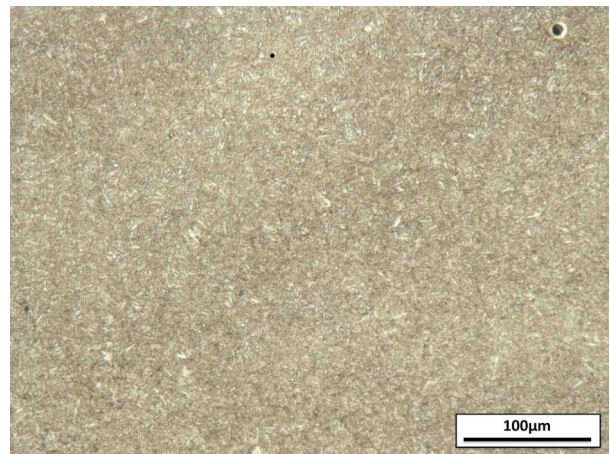


Figure 112 : Zone retrempeée, finement recristallisée.

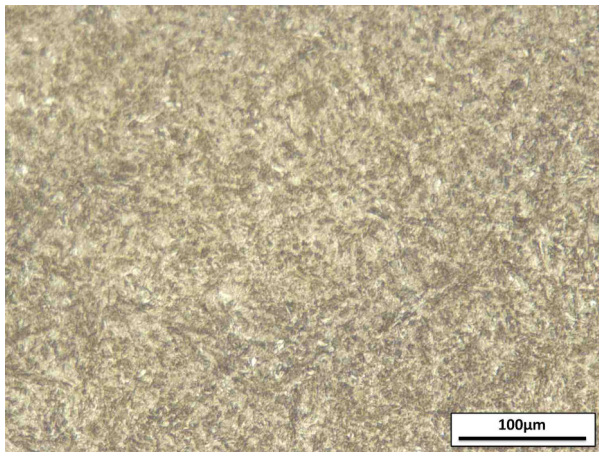


Figure 113 : Structure intermédiaire : cristallisation fine aux joints de grains.

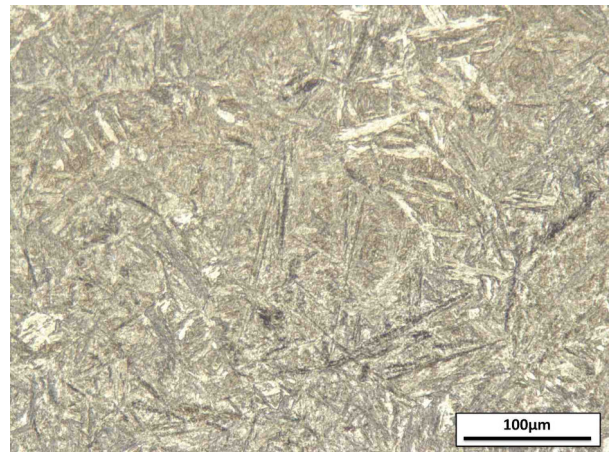
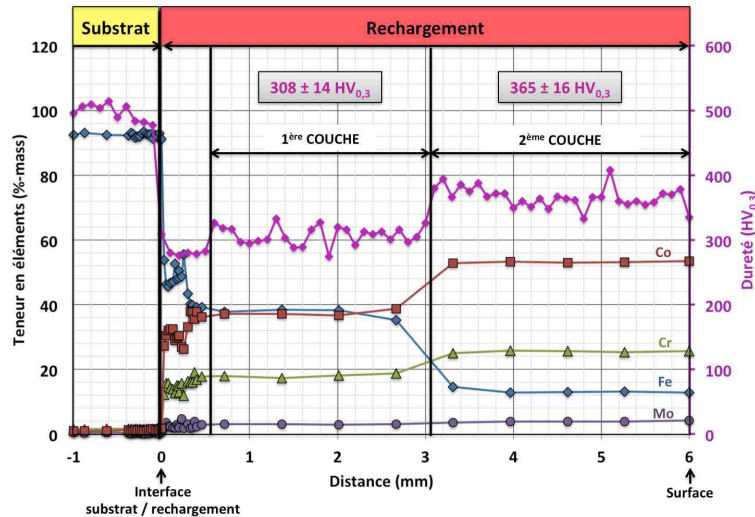


Figure 114 : Substrat de base : microstructure martensitique ou bainito-martensitique.

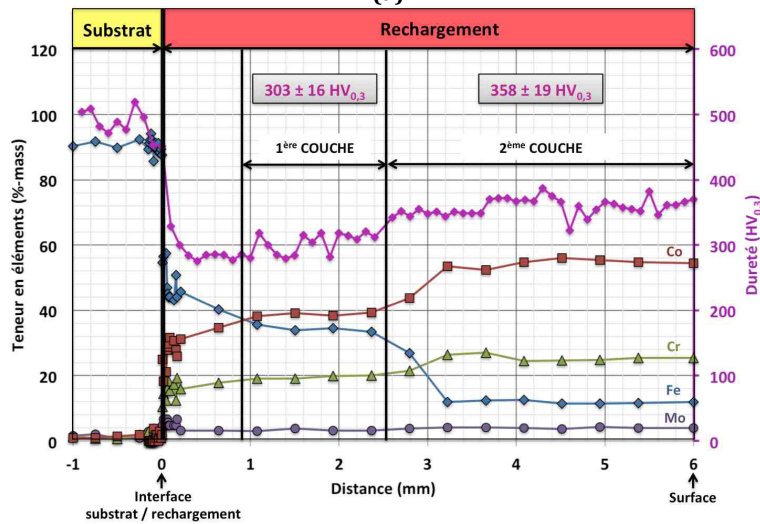
## 1. 5. Mesures de dureté

### a. Rechargement

Les valeurs de microdureté sont présentées sur la Figure 115, superposées aux analyses chimiques. La dureté semble stable au sein d'une même couche et globalement homogène sur tout le rechargement pour une couche donnée. Notons que la dureté augmente lorsque la dilution (ou encore la teneur en fer dans le rechargement) diminue.



(a)



(b)

Figure 115 : Superposition des valeurs de microdureté aux évolutions de composition (EDS) du rechargement en fonction de la distance à l'interface substrat/rechargement, (a) : échantillon B et (b) : échantillon D.

## b. Substrat

Les filiations de dureté (Figure 116) mettent en évidence l'affectation thermique du substrat sur une épaisseur de l'ordre de 6 mm. Ces mesures ont été mises en relation avec les observations microscopiques présentées dans le paragraphe précédent.

On peut alors observer que le palier de dureté maximale de la ZAT, sur une épaisseur d'environ 2mm, correspond à la zone recristallisée (Figure 112). Au-delà de cette zone, la dureté décroît sur une épaisseur de l'ordre de 2,5 mm qui est caractérisée par une cristallisation fine localisée aux joints de grains de la matrice (Figure 113). Une chute de dureté, en deçà de la valeur initiale de dureté du substrat, est ensuite observée. Cette dernière est attribuée à un sur-revenu de la structure de base. Enfin, la dureté initiale du substrat de base, associée à sa structure initiale (Figure 114), est atteinte à partir d'une profondeur d'environ 6 mm sous l'interface rechargement/substrat.



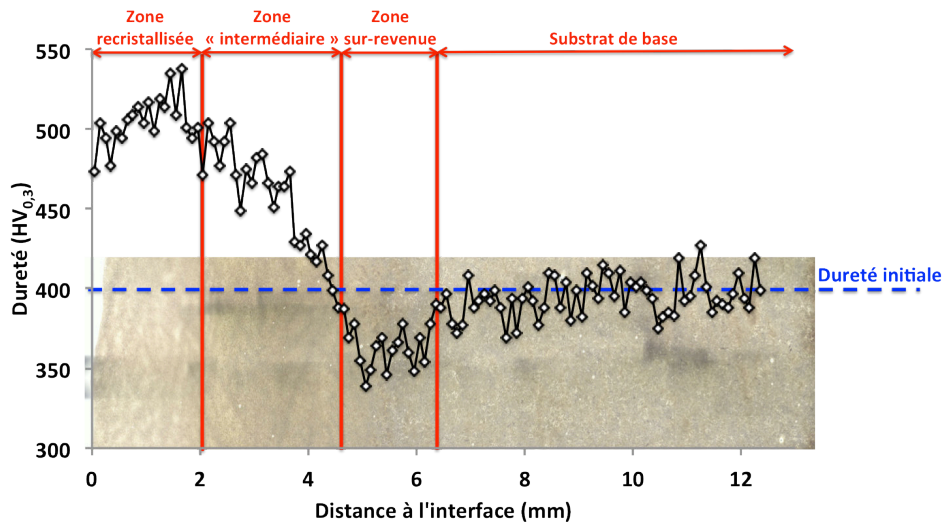


Figure 116 : Filiation de microdureté ( $HV_{0,3}$ ) dans le substrat de base (exemple de l'échantillon B).

## 1. 6. Conclusion

La caractérisation métallurgique d'un rechargement industriel conventionnel (Stellite 21-MIG) a permis de définir l'état de référence industriel.

Côté rechargement, les résultats montrent une dilution importante du fer, cette dernière est d'autant plus faible que le nombre de couches déposées est important. Dans les rechargements industriels, ce nombre de couches est généralement de deux, et ainsi, la couche externe contient une teneur en fer supérieure à 10 %. La dureté des rechargements industriels est de l'ordre de 360  $HV_{0,3}$  en surface. Cette valeur est liée à la dilution : plus la dilution est faible plus la dureté augmente. De plus, la microstructure dendritique des rechargements Stellite a bien été observée, constituée de dendrites et de zones interdendritiques contenant les carbures riches en chrome et molybdène.

Côté substrat, la ZAT présente un « gradient » de microstructures qui est associé à un gradient de dureté. En effet, à l'interface, la ZAT a une dureté de 500-550 HV, du fait de la trempe (adoucie par le traitement thermique de détensionnement post-soudage). Puis, à environ 4,5 mm de l'interface, la dureté atteint une valeur de l'ordre de 350HV, attribuable au sur-revenu du substrat de base. L'épaisseur de la ZAT, dans le cas du rechargement conventionnel de matrices industrielles est de l'ordre de 6 mm.

*Suite à la caractérisation de l'état initial industriel, le paragraphe suivant présente l'analyse de matrices endommagées.*

## 2. Caractérisation de l'endommagement de matrices en service

Quatre matrices industrielles ont été expertisées après service, dans l'objectif d'identifier leurs modes d'endommagement de surface et de comprendre les phénomènes physiques conduisant à leurs ruines.

Rappelons que toutes les matrices expertisées sont des matrices d'Aubert et Duval, rechargées en Stellite 21 (Tableau 22) par le procédé MIG (ST21-MIG) et utilisées pour le forgeage à chaud de pièces aéronautiques. Ces matrices sont préchauffées à 450 °C avant forgeage.

Les compositions chimiques des différentes nuances de substrats de bases (AD820 et X38CrMoV5) et de lopins forgés (MarvalX12 et Inconel 718) sont présentées dans le Tableau 24.

	C	Ni	Cr	Mo	Fe	Co	Mn	Si	Al	Ti	V	Nb
<b>AD820</b>	0,4	4,5	1,5	0,5	Bal.	-	-	-	-	-	-	-
<b>X38CrMoV5</b>	0,38	-	5,1	1,35	Bal.	-	-	-	-		0,4	-
<b>MarvalX12</b>	<0,02	9	12	2	Bal.	-	-	-	0,7	0,3	-	-
<b>Inconel 718</b>	0,04	Bal.	18	3	18,5	-	-	-	0,5	0,9	-	5,2

**Tableau 24 : Composition chimique (%mass) de l'AD820, du Z38CDV5, du Marval X12 et de l'Inconel 718 [Fiches de données Aubert et Duval].**


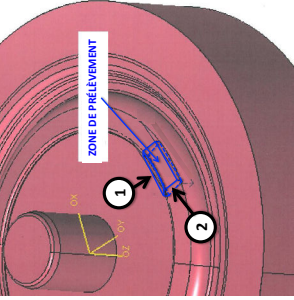
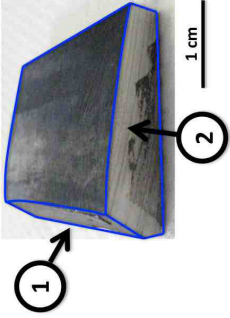

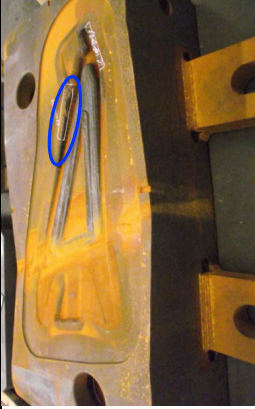





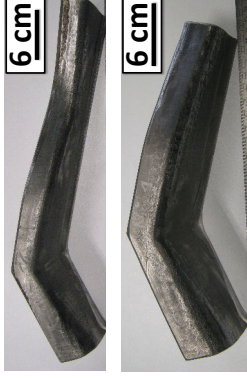
Le prélèvement des échantillons dans les zones endommagées des matrices industrielles, lors de leur sortie de production pour réparations, a été réalisé par la société Catoire-Semi. Les zones de prélèvement sont principalement localisées dans les zones de fuites de bavures, soumises à des contraintes d'écoulement importantes.

Les étapes des expertises sont les suivantes :

- analyse des documents concernant la matrice (nature substrat, historique, ...),
- observations macroscopiques de l'éprouvette en l'état de réception,
- choix des zones d'examens,
- découpe, enrobage, polissage, attaques chimiques
- caractérisations :
  - observations microstructurales : microscope optique et MEB,
  - analyses de composition chimique : EDS,
  - filiations de microdureté.

Notons que l'ensemble des observations sont faites sur des coupes parallèles à la direction de glissement du lopin sur la matrice.

Le Tableau 25 présente les principales données concernant les quatre matrices expertisées (nature du substrat, conditions d'utilisations, application, historique, ...).

	SUBSTRAT DE BASE	CONDITIONS DE FORGAGE	TYPE DE PIÈCE FORGÉE	HISTORIQUE (*)	ZONE DE PRÉLÈVEMENT SUR LA MATRICE	ÉCHANTILLON PRÉLEVÉ
N°1	AD820	<u>Lopin:</u> Inconel 718 Préchauffé à 990 °C  <u>Vitesse de glissement:</u> 3-4 mm/s	Disque Pièce de moteur aéronautique  (après usinage final)	<i>Matrice de finition supérieure</i> 2009 : mise en service 09-2009 : relavage (**) de 13mm 03/2012 : relavage de 10 mm Depuis 03/2012 : un autre relavage		
N°2	AD820	<u>Lopin:</u> Acier maraging de type MarvalX12 Préchauffé à 1020 °C  <u>Vitesse de glissement:</u> ≈ 4 mm/s	Pyramide A320 Pièce de structure aéronautique 	<i>Matrice de finition inférieure</i> 2008 : mise en service 2010 : relavage de 5 mm 2012 : relavage de 7 mm		
N°3	AD820	<u>Lopin:</u> Acier maraging de type MarvalX12 Préchauffé à 1020 °C  <u>Vitesse de glissement:</u> ≈ 4 mm/s	Pyramide A320 Pièce de structure aéronautique 	<i>Matrice de finition supérieure</i> 2008 : mise en service 2010 : relavage de 5 mm 2012 : relavage de 7 mm		
N°4	Z38CDV5	<u>Lopin:</u> Inconel 718 Préchauffé à 1000 °C  <u>Vitesse de glissement:</u> ≈ 4 mm/s	Ferrures Pièce de mât de réacteur	<i>Matrice de finition inférieure</i> 05-2012 : mise en service 06-2013 : contrôle/pas de réparation 11-2013 : réparation lancée => prélèvements  ≈ 100 pièces forgées		

(\*) : avant mise en service, ou après réparation, une gravure de 3 mm est réalisée et rechargée en Stellite 21,

(\*\*) : relavage est un terme technique qui désigne l'opération de réusinage de la matrice sur une épaisseur donnée.

**Tableau 25 : Principales données concernant les matrices expertisées.**

## 2. 1. Matrice supérieure de mise en forme de disques (N°1)

### a. Observations macroscopiques

À l'échelle macroscopique, des fissures qui débouchent à la surface de la matrice (Figure 117) sont visibles. En coupe (Figure 118), on observe que ces fissures se propagent sur toute l'épaisseur du rechargement. Le front d'avancée des fissures est perpendiculaire à la direction d'écoulement ainsi les fissures sont observables sur toute la largeur de l'éprouvette prélevée (Figure 117). La Figure 118 met également en évidence une zone d'affleurement du substrat de base en surface, cette zone est associée à une fissure.

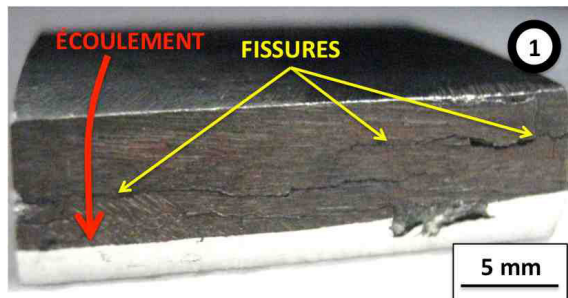


Figure 117 : Observation macroscopique au niveau de la fuite de bavure : fissures débouchant en surface, perpendiculairement à la direction d'écoulement.

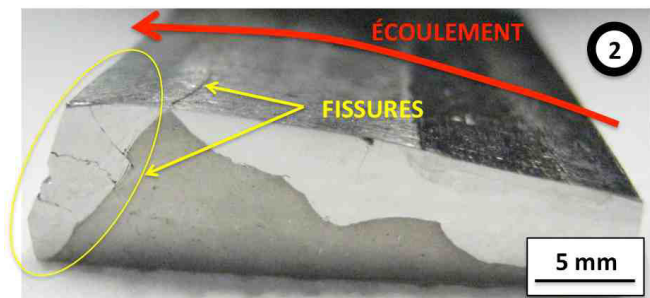


Figure 118 : Observation macroscopique en coupe dans la direction parallèle à l'écoulement : propagation de macro-fissures sur toute l'épaisseur du rechargement.

### b. Mesures de dureté

La cartographie de microdureté est représentée sur la Figure 119. On peut observer une hétérogénéité de dureté, notamment une augmentation de la dureté importante ( $> 700 \text{ HV}_{0,1}$ ) dans la partie qui présente le plus d'endommagement par fissurations (comparaison avec la Figure 118 présentée dans le paragraphe précédent). Nous supposons que ce durcissement est essentiellement mécanique (écrouissage). On peut alors estimer que les valeurs de dureté témoignent du niveau de déformation plastique, et ainsi parler de cartographie d'endommagement.

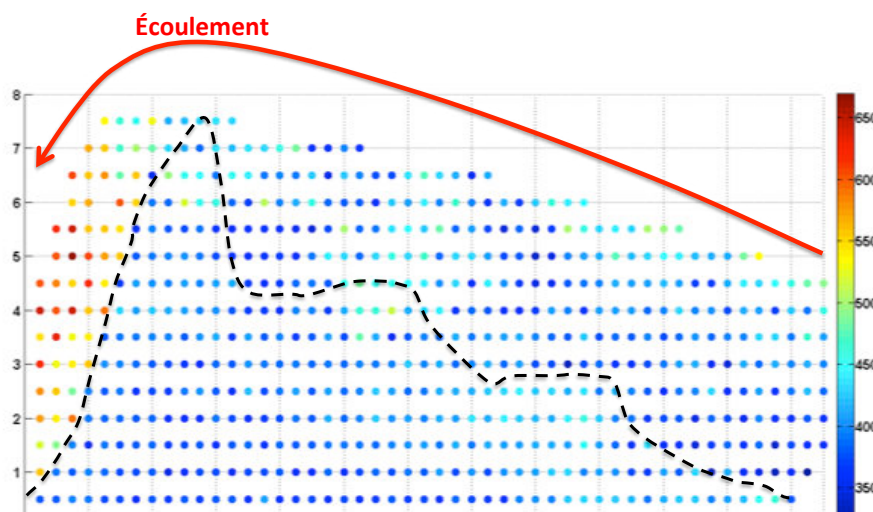


Figure 119 : Représentation Matlab des valeurs de microdureté mesurées sous une charge de 100 g.



### c. Observations microscopiques

Les observations microscopiques en coupe (Figure 120), confirment que les fissures traversent l'intégralité du rechargement et pénètrent dans le substrat. Elles se propagent principalement dans les espaces interdendritiques et aux joints de grains. De plus, notons que toutes les fissures observées sont oxydées, témoignant ainsi qu'elles se sont produites au cours du procédé de matriçage (à haute température). Ces fissures peuvent conduire à l'écaillage de la surface.

En extrême surface, des fissures « fines » et oxydées sont observées (Figure 121-a, b). De plus, des lignes d'écoulement de la matière qui traduisent la déformation plastique du rechargement sont également observées (Figure 121-a, c). Les dimensions des zones concernées par la déformation plastique sont relativement faibles (quelques micromètres d'épaisseur).

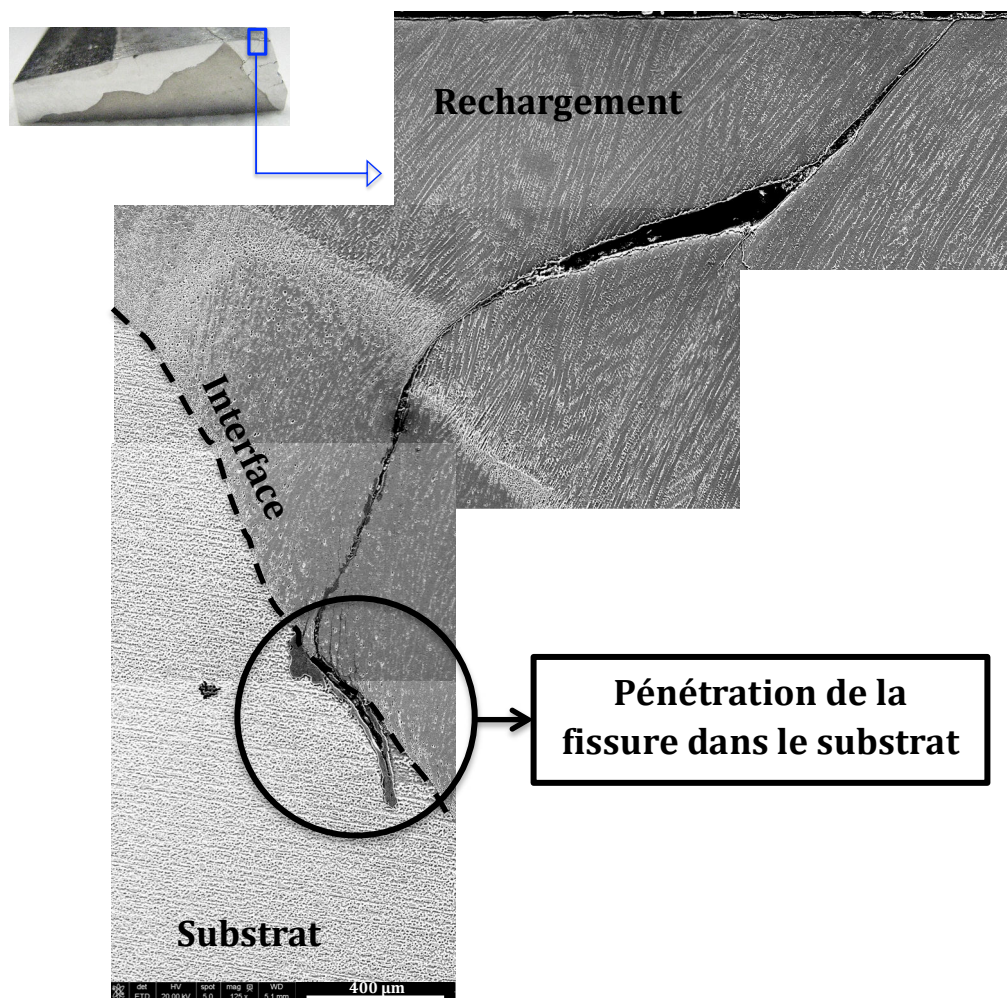
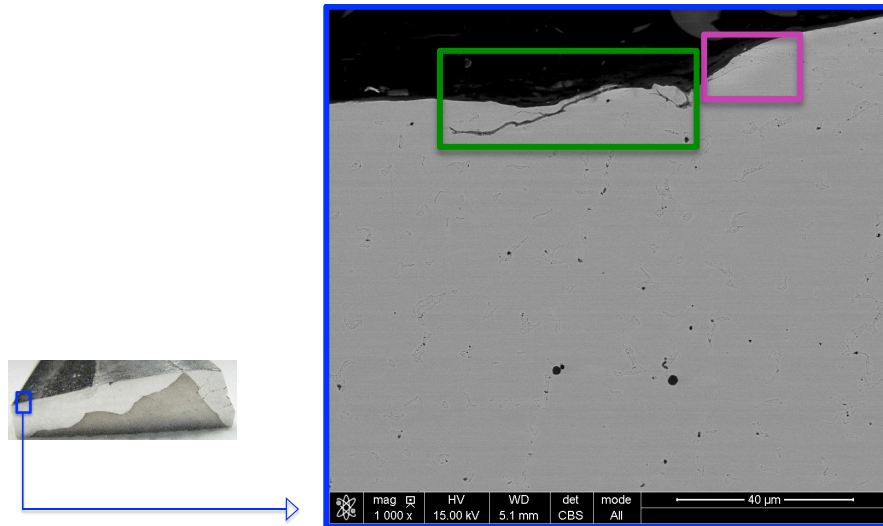
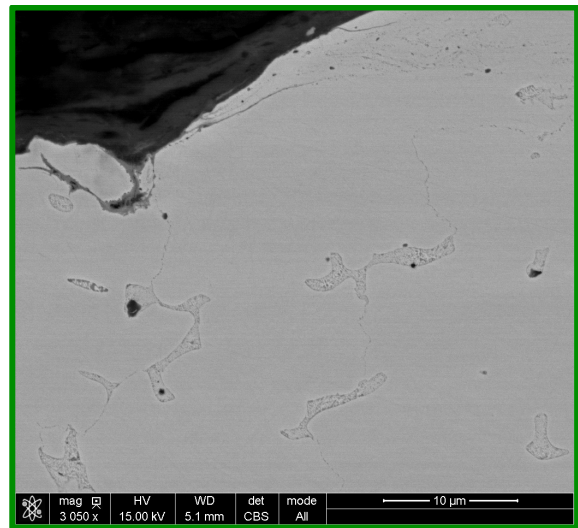
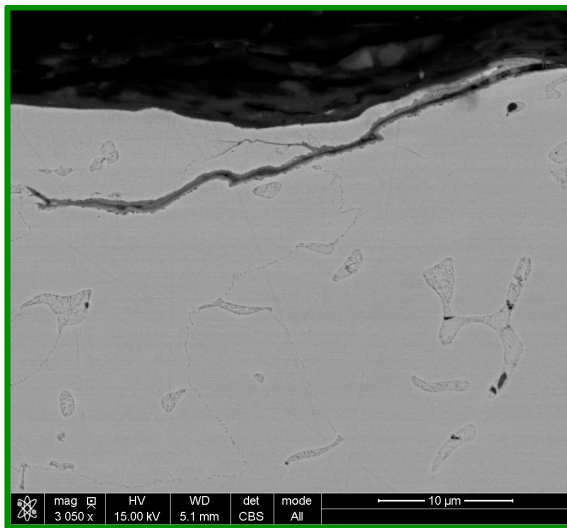


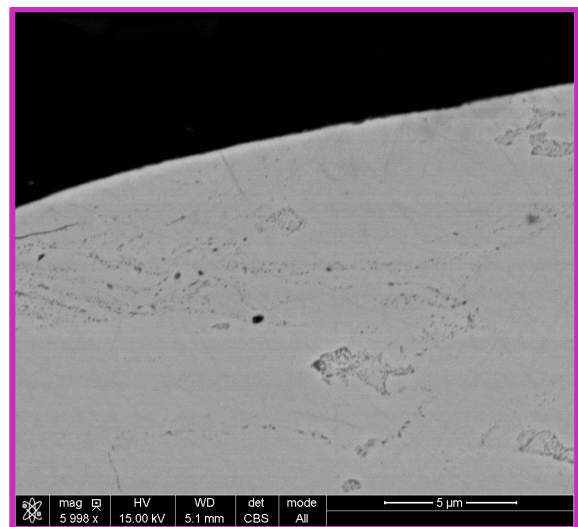
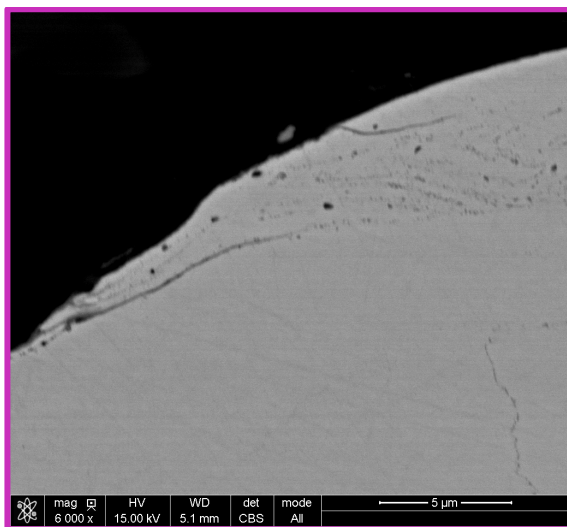
Figure 120 : Observation MEB : propagation de macro-fissures dans les régions interdendritiques et pénétration dans le substrat.



(a) Vue générale



(b) Zoom sur des micro-fissures oxydées en surface



(c) Zoom sur des zones déformées plastiquement

Figure 121 : Observations MEB après attaque Murakami

#### d. Conclusion

L'observation de cette matrice est riche en enseignements :

- l'endommagement du rechargement se traduit essentiellement par son écrouissage avec une élévation importante de la dureté ;
- les plus hauts niveaux de dureté (600-750 HV<sub>0,1</sub>) correspondent aux zones essentiellement fissurées alors que les zones où la déformation plastique du rechargement a été observée correspondent à des augmentations de dureté moindres (jusqu'à 500 HV<sub>0,1</sub>) ;
- de nombreuses fissures débouchantes sont observables dans le rechargement.

### 2. 2. Matrice inférieure de mise en forme de pyramides (N°2)

#### a. Observations macroscopiques

À l'échelle macroscopique, l'éprouvette prélevée présente (Figure 122) :

- de l'écaillage avec des cellules de l'ordre d'1,5 cm de large,
- de l'enlèvement de matière sur certaines cellules,
- de larges fissures (environ 1 mm) dans le sens parallèle à l'écoulement,
- de la grande déformation plastique dans la direction d'écoulement.

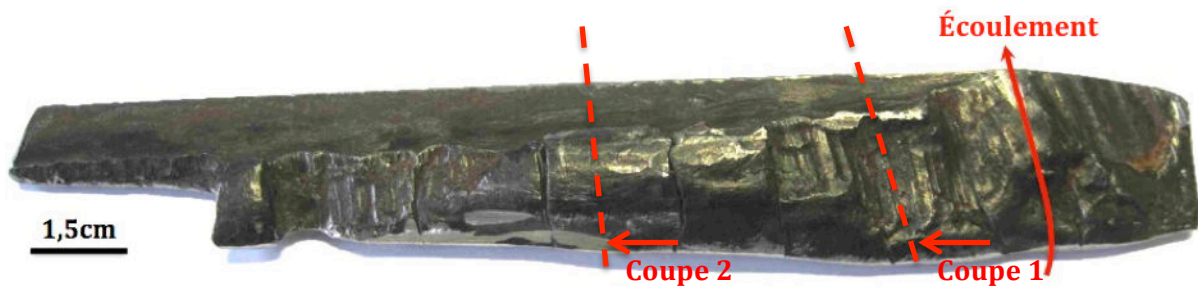


Figure 122 : Cliché macroscopique de l'éprouvette prélevée.

À partir de l'éprouvette prélevée sur la matrice industrielle, deux échantillons ont été préparés en coupes dans la direction parallèle à l'écoulement (Figure 122). Les macrographies obtenues sur les deux coupes, après attaque au Nital 4 % de l'acier de base, permettent de distinguer la zone de rechargement (zone blanche) de celle du substrat de base en AD820 (zone colorée). Ces macrographies (Figure 123) confirment la perte du rechargement dans certaines zones.

La représentation schématique des échantillons, présentée en Figure 124, est utilisée, dans la présentation des résultats de microdureté et d'observations microscopiques, pour localiser les zones analysées.

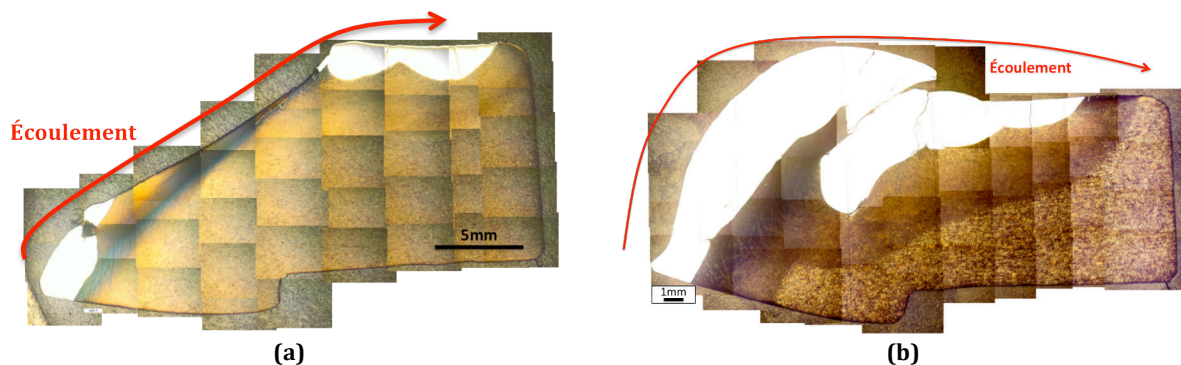


Figure 123 : Observation macroscopique des deux coupes (montage photos), après préparation métallographique et attaque chimique au Nital 4% qui révèle la partie acier (colorée) et la partie rechargement Stellite 21 (blanche), selon la direction parallèle au frottement : (a) Coupe 1 et (b) Coupe 2.



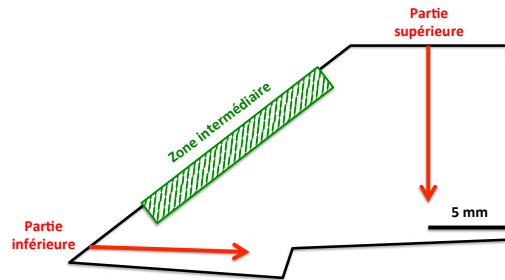


Figure 124 : Schéma des échantillons.

### b. Mesures de dureté

Dans la **partie supérieure et inférieure** des échantillons (Figure 124), les résultats de dureté sont similaires entre la coupe 1 et la coupe 2. En revanche, du fait de la mise à nu de l'acier, la zone intermédiaire présente des duretés spécifiques pour la coupe 1.

Dans la **partie supérieure** des échantillons, les valeurs de dureté (Figure 125) montrent un durcissement du Stellite avec un gradient de dureté sur une épaisseur de l'ordre de 500  $\mu\text{m}$ . Sous le rechargement, la dureté mesurée est caractéristique d'une ZAT (450  $\text{HV}_{0,3}$ -500  $\text{HV}_{0,3}$ ) avant de retrouver la dureté du substrat de base (de l'ordre de 400  $\text{HV}_{0,3}$ ).

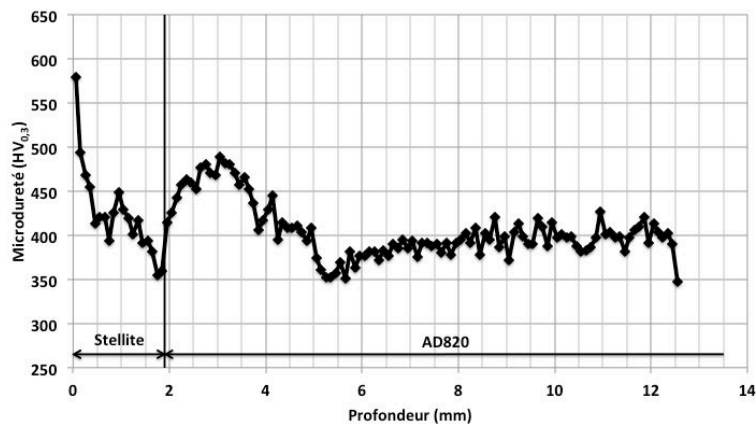


Figure 125 : Filiation de microdureté caractéristique de la partie supérieure des échantillons.

Dans la **partie inférieure** des échantillons (Figure 126), un faible durcissement du Stellite est observé (de l'ordre de +150  $\text{HV}_{0,3}$ ) par rapport à la dureté observée sur la matrice non endommagée dans la première couche de rechargement. Il n'y a pas de gradient de dureté : la dureté est homogène (environ 450  $\text{HV}_{0,3}$ ) sur quasiment toute l'épaisseur du rechargement (hormis la première mesure et la zone de dilution).

La dureté caractéristique d'une ZAT n'est pas retrouvée sous le rechargement. Au lieu d'un durcissement de l'acier dans cette zone (de l'ordre de 500  $\text{HV}_{0,3}$  après rechargement et détensionnement), un fort adoucissement avec une dureté de l'ordre de 300  $\text{HV}_{0,3}$ -350  $\text{HV}_{0,3}$  (plutôt caractéristique d'un revenu de l'AD820) est observé sur toute l'épaisseur analysée. Cette observation met en évidence une élévation importante de la température de la matrice dans cette zone.



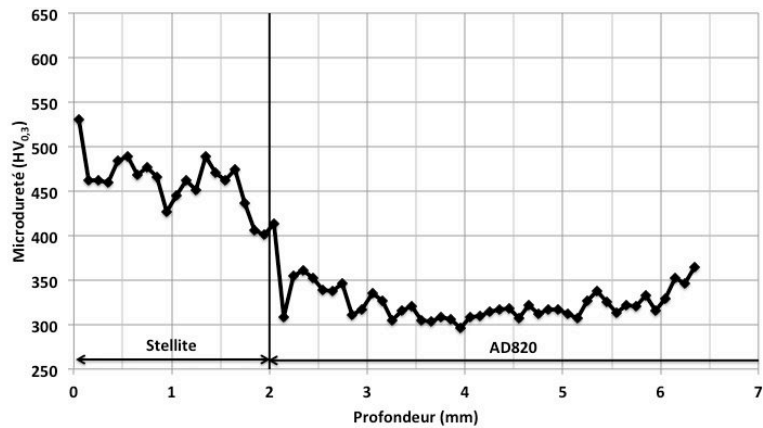


Figure 126 : Filiation de microdureté caractéristique de la partie inférieure des échantillons.

**Spécifiquement pour la « coupe 1 », dans la zone intermédiaire** (partie de l'échantillon où l'acier est mis à nu), un gradient de dureté est observé en surface (Figure 127). En extrême surface, la dureté atteint des valeurs de l'ordre de 600 HV<sub>0,3</sub>, caractéristiques de l'AD820 trempé : la température de la matrice a donc dépassé le point de transformation Ac<sub>3</sub> (790 °C pour l'AD820). Notons que cette considération qui est basée sur le diagramme d'équilibre de l'AD820 est à nuancer. En effet, des phénomènes hors équilibre sont susceptibles de se produire dans le cas des opérations de matriçage du fait de la synergie entre des sollicitations de natures thermiques, mécaniques et tribologiques. Une diminution de cette dureté est observée dans l'épaisseur jusqu'à des valeurs de l'ordre de 300 HV<sub>0,3</sub> (sur-revenu) avant de retrouver la dureté de l'acier de base. Ce gradient de dureté peut donc être relié au gradient thermique subi par la matrice au cours des opérations de matriçage. L'épaisseur affectée thermiquement pendant le matriçage est plus importante dans la partie inférieure de l'échantillon que dans la partie supérieure : elle est de l'ordre de 2mm dans la partie supérieure de l'échantillon et elle augmente jusqu'à des épaisseurs de l'ordre de 8mm dans la partie inférieure de l'échantillon.

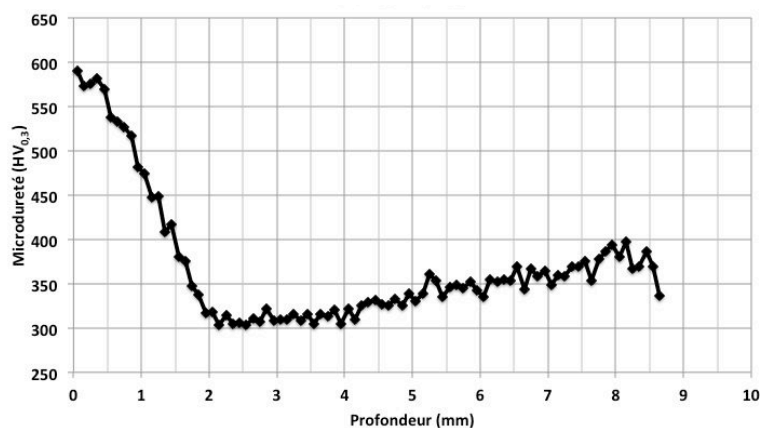


Figure 127 : Filiation de microdureté caractéristique de la zone où l'acier est mis à nu sur la « coupe 1 ».

La Figure 128-a est une cartographie de dureté « schématique », obtenue à partir de multiples filiations de microdureté (Figure 128-b : F1 à F11), pour la coupe 1.

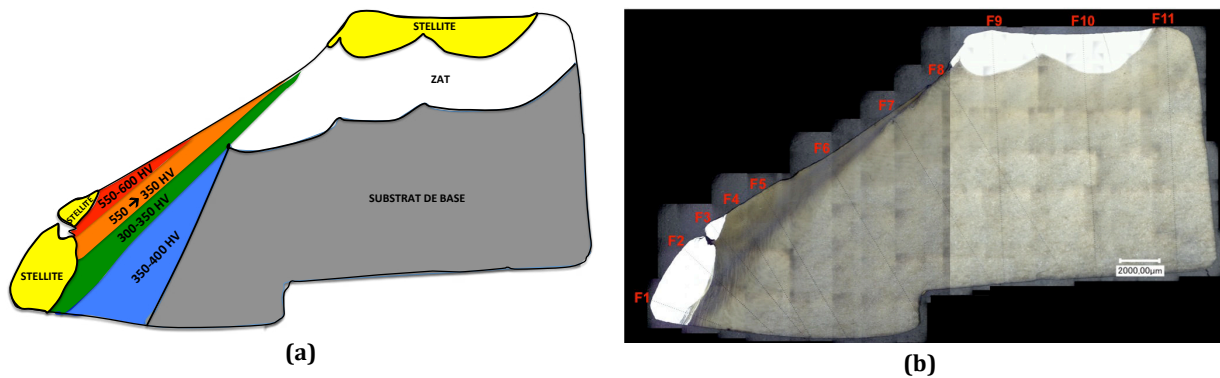


Figure 128 : Parallèle entre (a) représentation schématique de la cartographie de dureté dans l'acier de base et (b) visualisation macroscopique de l'acier de base avec positionnement des multiples filiations de microdureté réalisées (coupe 1).

### c. Observations microscopiques

#### Coupe 1

- **Substrat**

Sur la coupe 1, les observations réalisées dans la partie inférieure de l'échantillon mettent en évidence la grande déformation plastique du substrat acier (Figure 129). Cette zone d'écoulement plastique du substrat correspond à la zone adoucie. Le Stellite plus dur que l'acier de base adouci a pénétré dans l'acier sous l'effet des contraintes radiales élevées dans cette zone. Le Stellite a « indenté » l'acier.

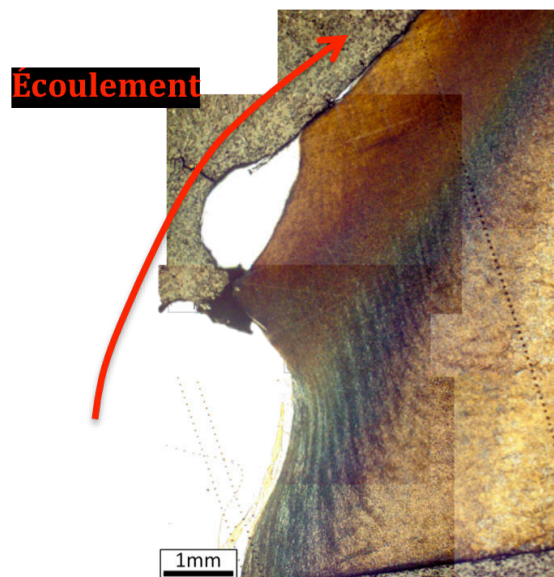


Figure 129 : Observation micrographique après attaque chimique de l'acier au Nital 4% : écoulement plastique de l'acier.

Dans la zone où l'acier est mis à nu, il s'écoule plastiquement (Figure 130). Les lignes de déformation de l'acier sont parallèles à la direction d'écoulement du lopin sur la matrice. Au cours des opérations de matricage, l'élévation de la température de la matrice dans cette zone peut être très importante du fait des échanges thermiques lopin-matrice et de l'énergie thermique fournie par le frottement lopin-matrice. Cette élévation importante de la température conduit à l'adoucissement de l'acier qui, simultanément soumis à des contraintes d'écoulement importantes, se déforme plastiquement dans la direction d'écoulement.

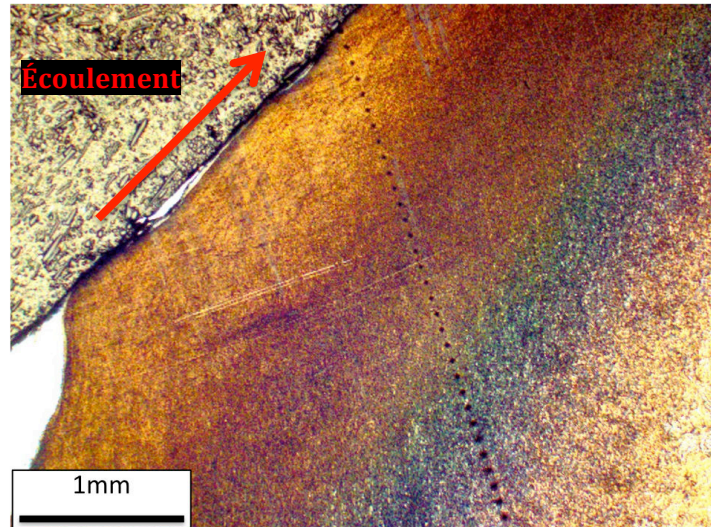


Figure 130 : Observation micrographique dans la zone où l'acier est mis à nu, après attaque chimique au Nital 4% : lignes d'écoulement plastique parallèles à la direction d'écoulement du lopin sur la matrice.

- **Rechargement**

Les observations MEB de la partie rechargée de l'échantillon, en coupes parallèlement à la direction de glissement, mettent en évidence sa **déformation plastique** (Figure 131). On observe la réorientation des dendrites selon la direction de glissement du lopin sur la matrice. A plus fort grossissement (Figure 132), des « lignes » ayant des directions bien définies sont observées dans la matrice dendritique, selon trois orientations (D1, D2 et D3). Elles peuvent être attribuées aux défauts d'empilement générés dans la matrice dendritique. Notons que des observations similaires ont été faites par Fouilland [FOUI09], qui ont attribué la visibilité des défauts d'empilement (MEB en mode BSE) à la précipitation de carbures préférentiellement sur ces derniers. Les orientations observées sont ainsi attribuables à des plans de type  $\{111\}$ , car les défauts d'empilement se créent selon ces familles de plan (Chap1-III.4.2).

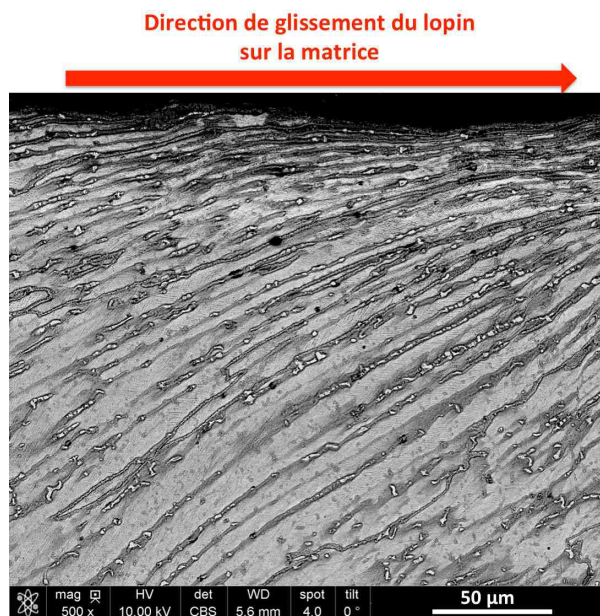


Figure 131 : Observation MEB de la déformation plastique du rechargement en extrême surface.



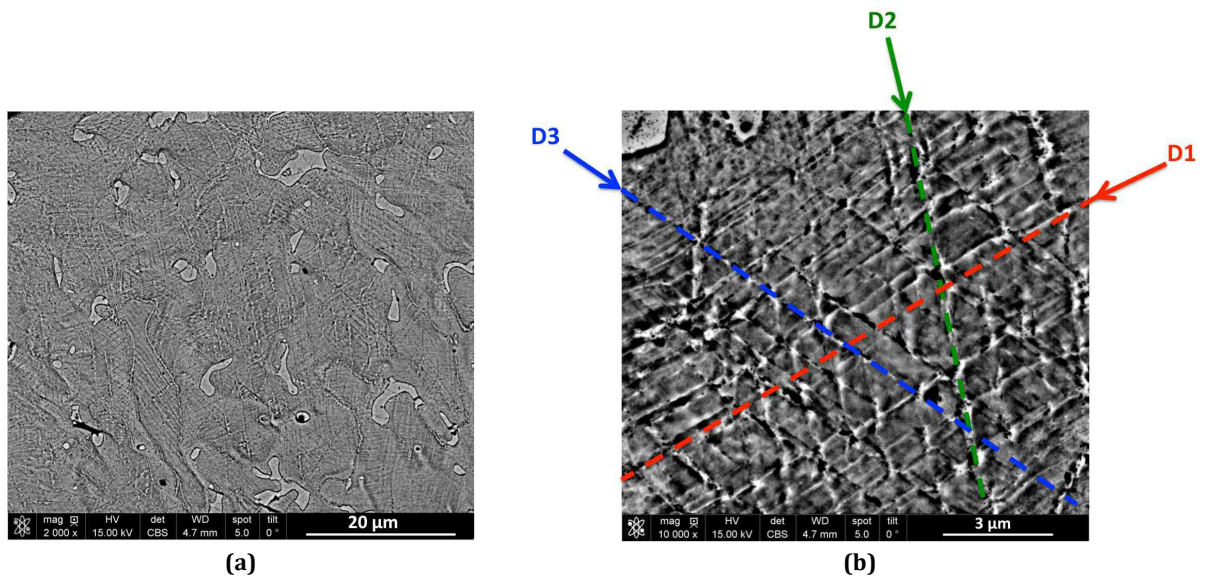


Figure 132 : Observations MEB de la matrice des rechargements Stellite dans la zone déformée plastiquement : observations de "lignes" dirigées selon trois directions, (a) x2000 et (b) x10000.

L'observation des **fissures** (Figure 133) met en évidence leur **oxydation**. Cette oxydation est synonyme d'une propagation progressive, non brutale, des fissures au cours des opérations de matricage. On peut également noter que ces fissures se propagent dans les espaces interdendritiques, contenant les carbures, et constituant donc les zones les plus fragiles dans les rechargements Stellites.

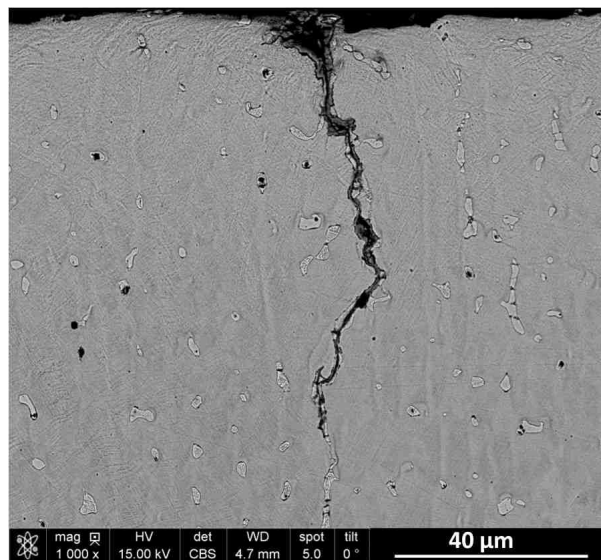
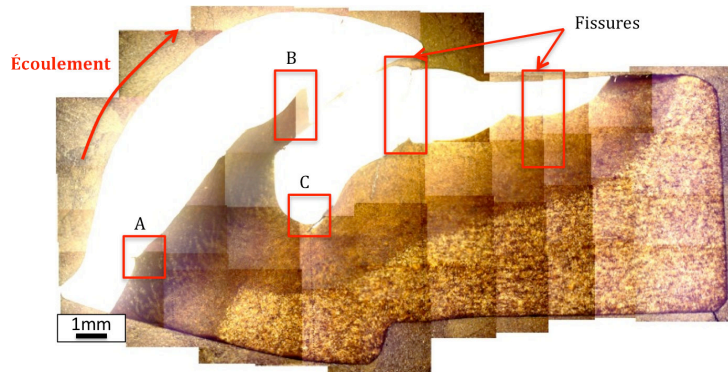


Figure 133 : Observation d'une fissure oxydée se propageant dans les espaces interdendritiques (contenant les carbures).

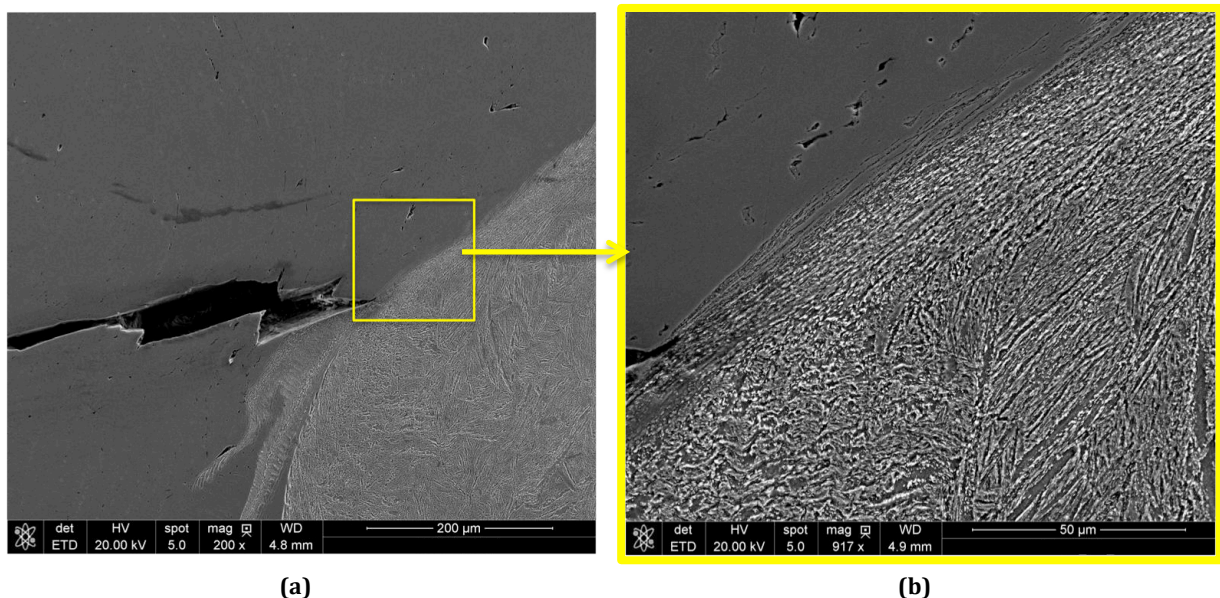
## Coupe 2

Sur la coupe 2, les zones d'endommagement principales sont repérées sur la vue générale de l'échantillon (Figure 134). Seules les zones A et C sont discutées ci-après.



**Figure 134 : Montage des clichés micrographiques après attaque chimique de l'acier au Nital 4% et repérage des principales zones d'endommagement.**

Zone repérée A sur la Figure 134 : fissuration du Stellite (Figure 135-a) et écoulement plastique de l'acier (Figure 135-b). Un « feuillement » (Figure 135-b) se distingue à l'interface entre le rechargement Stellite et le substrat acier. Rappelons qu'à l'état initial, des pénétrations inter-granulaires du Stellite dans le substrat avaient été mises en évidence au niveau de l'interface. Ainsi, ce « feuillement » pourrait correspondre à la grande déformation plastique de ces "pénétrations" sous l'effet de contraintes de cisaillement importantes.



**Figure 135 : Observations MEB de la zone repérée A sur la Figure 134 : (a) = fissuration du Stellite, (b) = « feuillement » à l'interface entre le rechargement Stellite et le substrat acier.**

Zone repérée C sur la Figure 134 : écoulement plastique de l'acier (Figure 136) et fissuration de la matière (Figure 137). Le Stellite joue le rôle de « coin » (obstacle) et l'acier s'écoule par dessus (Figure 137). Une crique est observée dans cette zone (Figure 137).

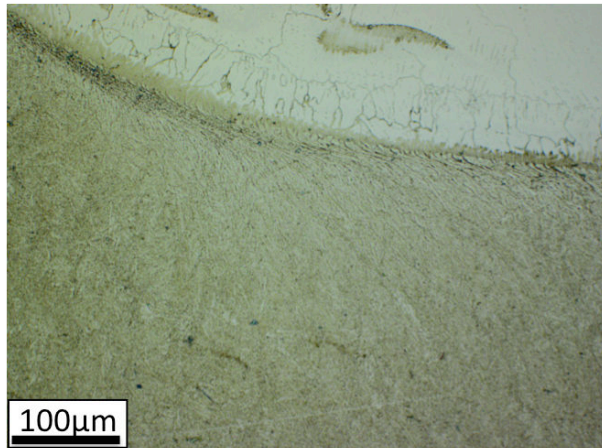


Figure 136 : Écoulement plastique de l'acier.



Figure 137 : Déchirement de l'acier.

#### d. Conclusion

Cette matrice (N°2) a subi une augmentation importante de la température (supérieure à  $Ac_1 = 650\text{ °C}$ ) qui a entraîné l'adoucissement important du substrat de base. Cet adoucissement a certainement contribué à l'écoulement plastique du substrat sous l'effet des sollicitations mécaniques. Dans certaines zones où l'acier a été mis à nu, l'acier a été fortement déformé plastiquement et re-trempé en surface. Un gradient de dureté partant de  $600\text{ HV}_{0,3}$  et diminuant jusqu'à  $300\text{ HV}_{0,3}$  est alors observé dans l'épaisseur de l'acier. L'épaisseur affectée thermiquement est de l'ordre de 2 mm à 8 mm. Dans les zones où le Stellite est encore présent, l'acier de base est fortement adouci et déformé plastiquement, il ne s'est pas re-trempé. L'épaisseur de 3 mm de Stellite 21 ne joue pas le rôle de barrière thermique et ne permet donc pas de protéger le substrat de base d'une élévation de température. Cependant, du fait même de son épaisseur, le Stellite permet que la zone de température la plus élevée soit située dans le Stellite et non pas dans l'acier.

Ainsi, l'expertise de cette matrice a mis en évidence plusieurs zones présentant des endommagements différents :

- Zones avec rechargement et adoucissement du substrat :
  - durcissement modéré du Stellite sur toute son épaisseur et fissuration
  - adoucissement et grande déformation plastique du substrat
- Zones avec rechargement et sans adoucissement du substrat
  - durcissement important du Stellite sur une épaisseur inférieure au millimètre avec un gradient de dureté et déformation plastique
  - pas d'adoucissement de la ZAT ni de déformation plastique du substrat
- Zones avec perte du rechargement :
  - trempe et grande déformation plastique du substrat



Le niveau de durcissement du Stellite pourrait nous donner des informations sur les niveaux de sollicitations thermiques et mécaniques. En effet, on peut distinguer deux cas de figures :

- durcissement important jusqu'à des valeurs supérieures à 600 HV<sub>0,3</sub> et sur de faibles épaisseurs (< 1 mm) : ce serait plutôt des sollicitations mécaniques qui engendreraient le durcissement du Stellite par déformation plastique.
- durcissement faible à modéré (450 – 500 HV) sur toute l'épaisseur du rechargement : ce serait plutôt des sollicitations thermiques fortes, ou le couplage entre des sollicitations mécaniques et des sollicitations thermiques fortes, qui pourraient générer la précipitation de carbures.

Ces résultats peuvent être liés au profil et à la position de l'échantillon :

- la partie supérieure est soumise à une forte compression de la bavure (sollicitations mécaniques mais peu thermiques),
- la partie inférieure, dans la dépouille, est soumise à un temps de contact long avec le lopin massif (sollicitations thermiques mais peu mécaniques).

### 2. 3. Matrice supérieure de mise en forme de pyramides (N°3)

#### a. Observations macroscopiques

Les observations macroscopiques mettent en évidence de larges fissures (Figure 138). Ce réseau important de fissures dans les directions perpendiculaire et parallèle à la direction d'écoulement peut conduire à la formation de cellules : il y a donc un risque d'écaillage. Une coupe transverse a été réalisée (Figure 139) et montre que la fissure principale traverse toute l'épaisseur du rechargement et pénètre dans le substrat AD820.



Figure 138 : Photo macroscopique de l'éprouvette prélevée.

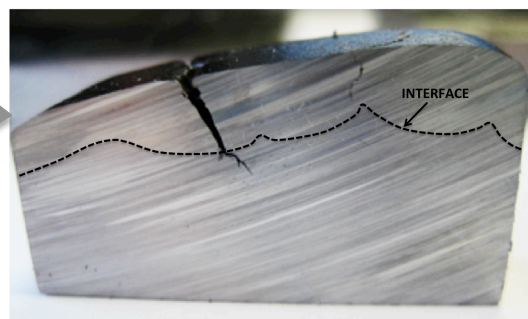


Figure 139 : Coupe transverse de l'éprouvette prélevée : large fissure traversant toute l'épaisseur du rechargement et pénétrant dans le substrat AD820.

## b. Mesures de microdureté

La Figure 140 présente une filiation de microdureté réalisée sur la coupe transverse de l'échantillon. Plusieurs zones se distinguent :

- durcissement du Stellite en extrême surface jusqu'à des valeurs de l'ordre de  $570\text{HV}_{0,3}$  puis gradient de dureté sur environ 1 mm d'épaisseur. Au-delà de cette distance d'1 mm, la dureté du Stellite est stable, dans la fourchette de  $400\text{HV}_{0,3}$  –  $450\text{HV}_{0,3}$  ;
- pas de ZAT typique d'un rechargement : adoucissement ;
- zone de sur-revenu de l'acier avec une dureté de l'AD820 de l'ordre de  $300\text{HV}_{0,3}$  à  $350\text{HV}_{0,3}$  sur environ 8 mm ;
- la dureté du substrat de base ( $400\text{HV}_{0,3}$ ) est retrouvé à environ 12 mm de la surface de l'échantillon.

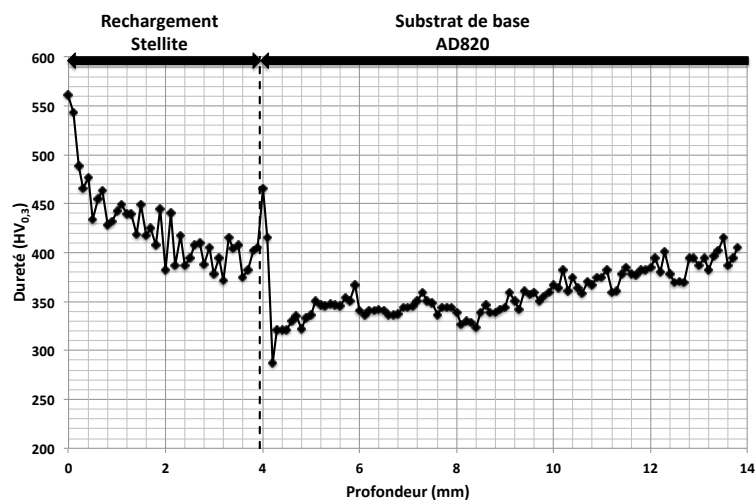


Figure 140 : Filiation de microdureté réalisée sur la coupe transverse de l'éprouvette prélevée sur la matrice N°3.

## c. Observations microscopiques

Dans la zone de la fissure, les observations en microscopie optique (Figure 141-a) mettent en évidence une ouverture de fissure large, de l'ordre du millimètre. En extrême bord, les observations MEB ont mis en évidence une très grande déformation du rechargement Stellite au niveau des lèvres de fissures (Figure 141-b), liée à du filage du matériau du lopin dans la fissure. La dureté dans cette zone est de l'ordre de  $550\text{HV}_{0,3}$ .



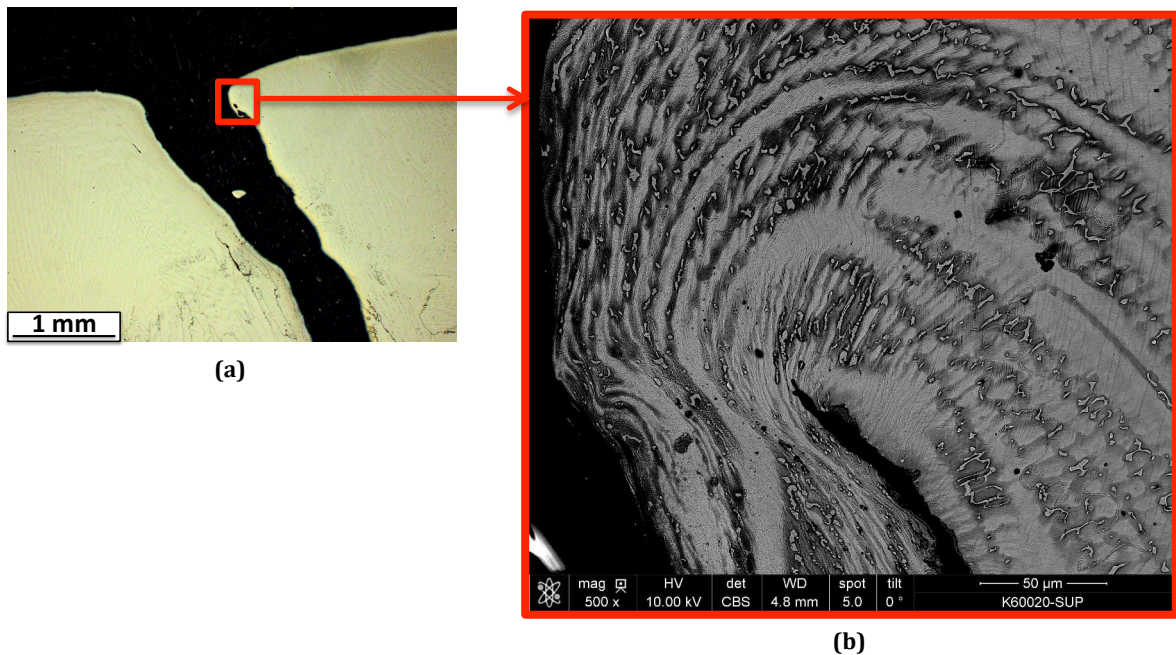


Figure 141 : Observations microstructurales dans la zone de la large fissure (Figure 139) : (a) vue générale et (b) zoom sur la zone fortement déformée plastiquement.

#### d. Conclusion

Cette matrice s'endommage principalement par durcissement du Stellite et fissuration. L'expertise de cette matrice (N°3) a mis en évidence le durcissement du Stellite et la présence d'un réseau important de fissures dans les directions parallèles et perpendiculaires à l'écoulement du lopin sur la matrice. Malgré les nombreuses fissures, le rechargement n'a pas été éliminé.

#### Point complémentaire : caractérisation de « billes » présentes dans les fissures des matrices

Dans la fissure principale, des billes de diamètre égal à la largeur de fissure (environ 1 mm) sont visibles. Une bille a été isolée et analysée par EDS. La Figure 142 présente un cliché MEB de cette bille (Figure 142-a), le résultat de l'analyse EDS (Figure 142-b) et la composition chimique du matériau (MARVALX12) qui a été forgé dans la matrice N°3 (Figure 142-c). Ces résultats montrent que la bille provient du lopin forgé.

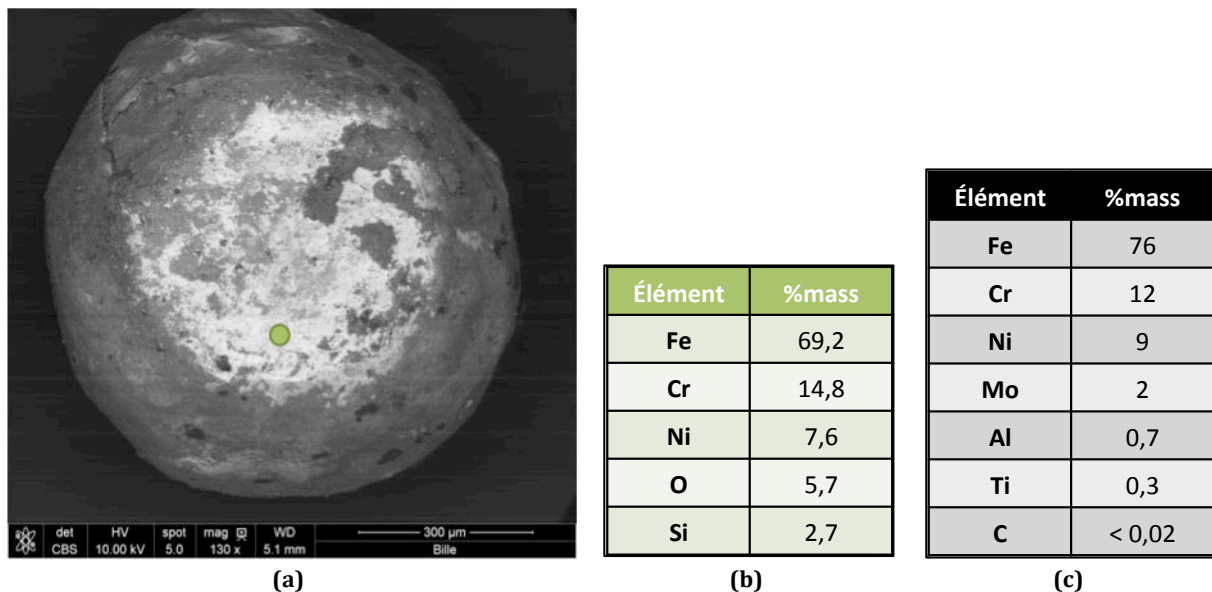


Figure 142 : (a) Observation MEB de la bille présente dans la fissure principale de la matrice N°3 avec localisation de la zone d’analyse EDS (point vert), (b) analyse EDS de la bille et (c) composition chimique nominale (données Aubert et Duval) du lopin forgé en MarvalX12.

## 2. 4. Matrice inférieure de mise en forme de ferrures (N°4)

### a. Observations macroscopiques

A l’échelle macroscopique, des variations dimensionnelles (Figure 143) sont observées sur la matrice endommagée. On peut distinguer des zones en sur-épaisseur (représentées en rose) et des zones en sous-épaisseur (représentées en jaune).

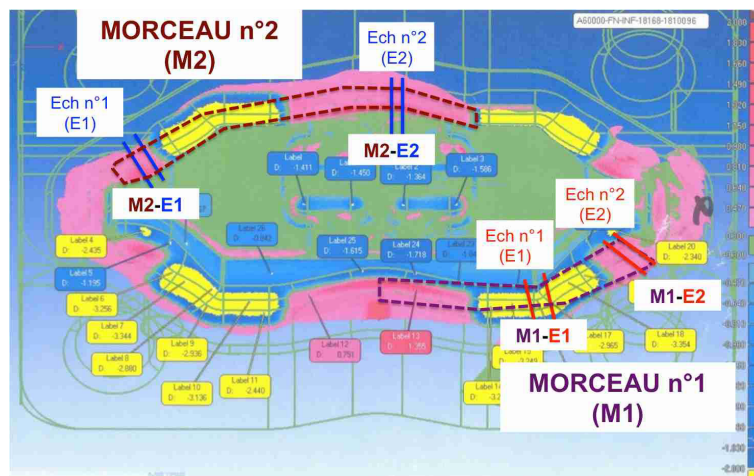


Figure 143- Représentation des variations dimensionnelles de la matrice (réalisée à partir de scans 3D avant et après forgeage) et représentation des différents échantillons expertisés.

De plus, des fissures sont visibles et se développent selon deux directions principales : perpendiculairement et parallèlement à la direction de glissement du lopin sur la matrice (Figure 144-a et b). Les cellules formées sont de l’ordre de 1,5 à 2 cm de large. Une large fissure est également observée en fond de matrice (Figure 144-a et c).

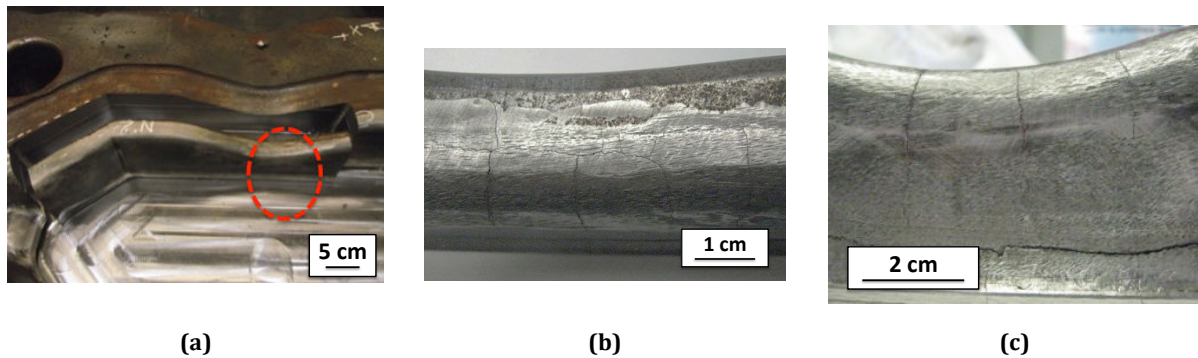


Figure 144 : Observations macroscopiques : (a) zone d'observation, (b) « faïençage » dans le rayon de fuite de bavure et (c) : large fissure en fond de gravure.

### b. Caractérisation d'une zone en sur-épaisseur (M1-E2 et M2-E1)

Afin de s'assurer de la représentativité de nos résultats, l'ensemble des caractérisations (mesures de dureté et observations microstructurales) ont été réalisées à l'identique sur deux prélèvements symétriques : M1-E2 et M2-E1 sur la Figure 143. Les résultats obtenus étant similaires, nous ne distinguerons pas ces deux échantillons dans la suite.

- **Mesures de dureté**

Les filiations de microdureté réalisées dans les rayons de matrice (Figure 145, Figure 146) ont mis en évidence un adoucissement important du substrat de base (Figure 148-F1). La dureté caractéristique de la ZAT n'est pas retrouvée, au contraire, l'acier est adouci sur plusieurs millimètres avant de retrouver la dureté de base du substrat à 400 HV. L'épaisseur de rechargement étant de l'ordre de 4 mm, la profondeur affectée par le matricage est de l'ordre de 14 mm. Dans la partie basse de la matrice (Figure 148-F2), le substrat de base ne semble pas être affecté et la dureté caractéristique de la ZAT non détensionnée est retrouvée (600-650 HV). On peut remarquer que la simulation numérique (Figure 147) prévoit une augmentation importante de la température dans la zone observée, jusqu'à des valeurs de l'ordre de 750 °C.

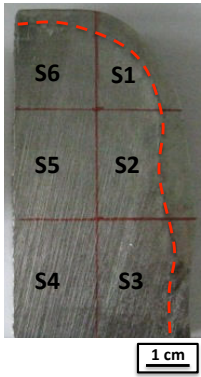


Figure 145 : Vue macroscopique du prélèvement.

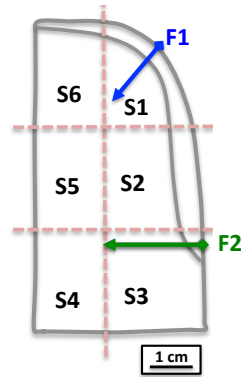


Figure 146 : Schéma du prélèvement avec positionnement des filiations de microdureté.

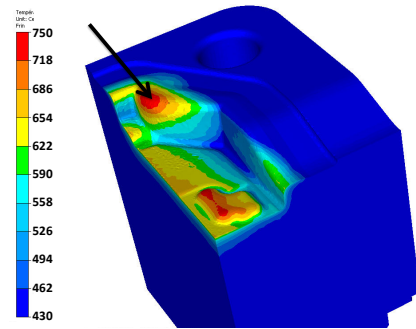


Figure 147 : Champ de température en fin de matriçage (simulation numérique sous Forge®, Aubert et Duval).

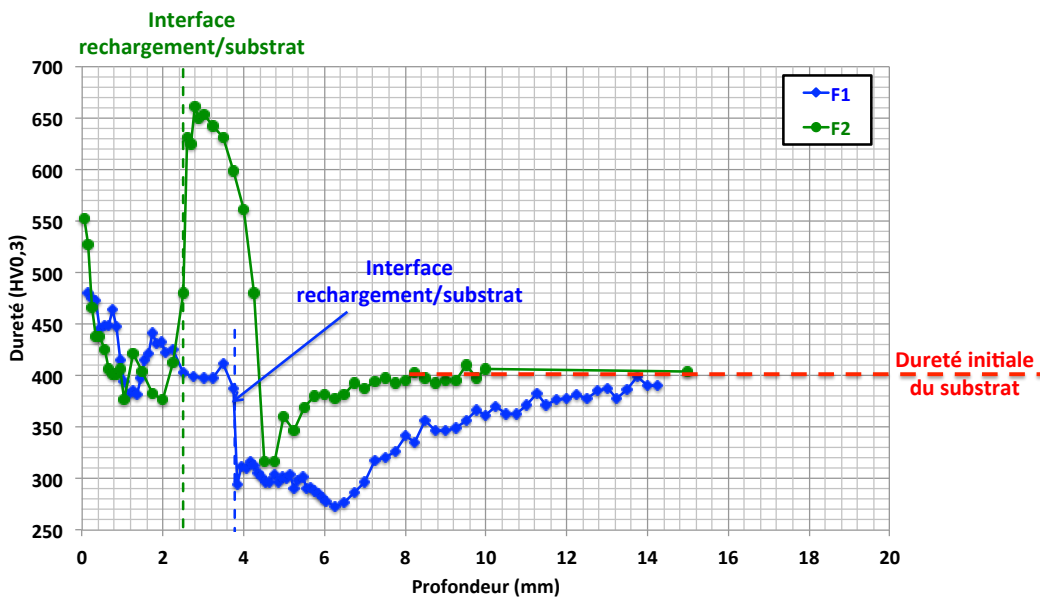


Figure 148 : Filiations de microdureté sur les prélèvements M1-E2 et M2-E1 symétriques.

- **Observations microscopiques**

La déformation plastique du substrat de base est observée en sous-couche, à 2-3mm sous l'interface rechargement-substrat (Figure 149). D'après la comparaison avec les filiations de microdureté, la zone déformée plastiquement correspondrait à la zone sur-revenue de la ZAT. Des observations MEB de cette zone ont été réalisées afin de confirmer la présence de déformation plastique (Figure 150).



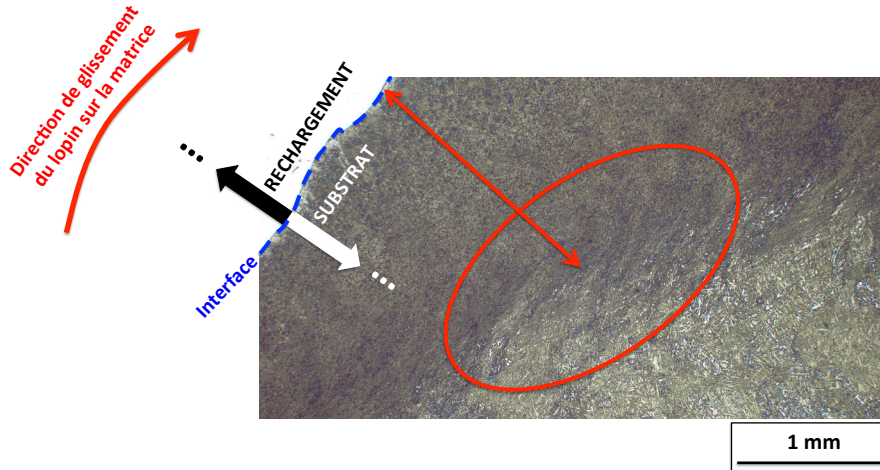


Figure 149 : Observation en microscopie optique de la déformation plastique en sous-couche.

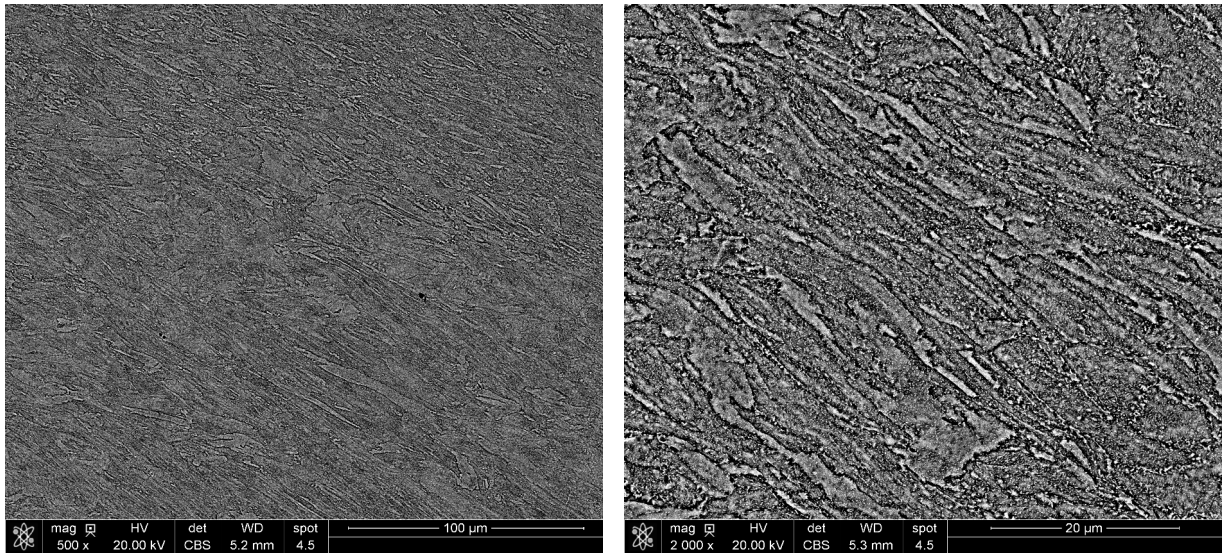


Figure 150 : Observations MEB, à différents grossissements, de la zone déformée plastiquement en mode BSE.

- **Conclusion**

Cette matrice (N°4) a subi une augmentation importante de la température qui a entraîné l'adoucissement important du substrat de base. Cet adoucissement a certainement contribué à la déformation plastique du substrat sous l'effet des sollicitations mécaniques. L'épaisseur affectée thermiquement est supérieure à 10 mm. L'épaisseur de Stellite 21 ( $\approx 4$  mm) ne joue pas le rôle de barrière thermique et ne permet donc pas de protéger le substrat de base d'une élévation de température. Cependant, du fait même de son épaisseur, le Stellite permet que la zone de température la plus élevée soit située dans le Stellite et non pas dans l'acier.

c. **Caractérisation d'une zone en sur-épaisseur dans la partie centrale (M2-E2)**

- **Mesures de dureté**

L'adoucissement du substrat de base est également observé dans cette zone (Figure 151, Figure 152) au niveau du rayon de matrice (Figure 154). Dans la partie basse, la dureté caractéristique d'une ZAT non détensionnée est retrouvée. Dans cette zone, on peut remarquer que la simulation numérique prévoit une augmentation de la température jusqu'à des valeurs de l'ordre de 620 °C (Figure 153).

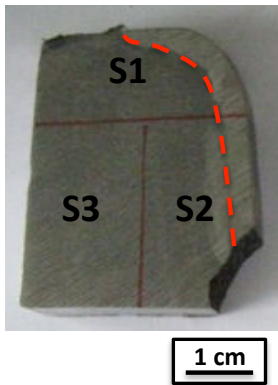


Figure 151 : Vue macroscopique du prélèvement M2-E2 (ensuite re-coupé en plusieurs échantillons : S1, S2, ...).

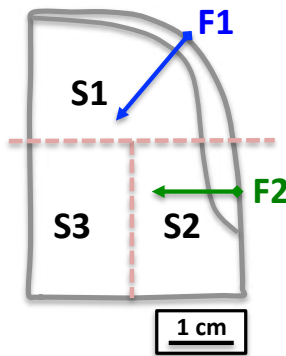


Figure 152 : Schéma du prélèvement M2-E2 avec positionnement des filiation de microdureté.

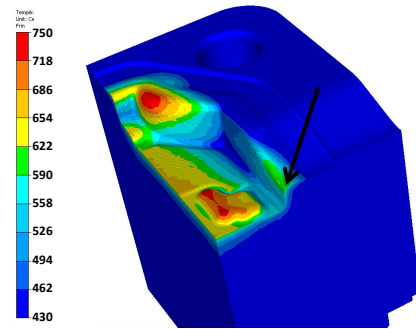


Figure 153 : Champ de température en fin de matriçage (simulation numérique sous Forge®, Aubert et Duval).

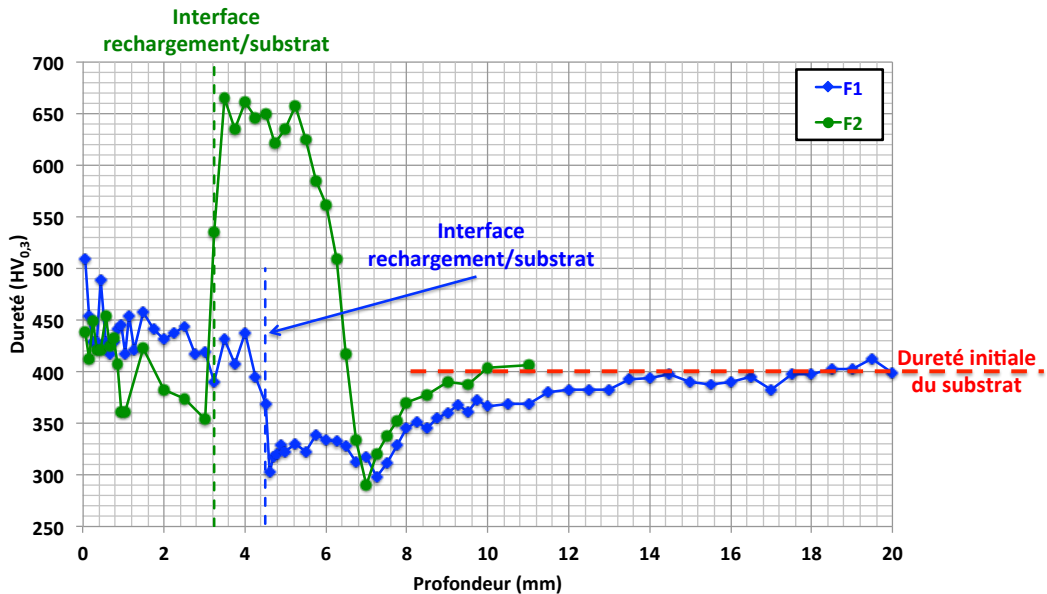


Figure 154 : Filiations de microdureté dans le rayon (F1) et dans la partie basse (F1) sur le prélèvement M2-E2.

- **Conclusion**

De même que pour les échantillons M1-E2 et M2-E1, l'adoucissement du substrat de base (sous le rechargement Stellite) est observé.

#### d. Caractérisation d'une zone en sous-épaisseur (M1-E1)

- **Mesures de dureté**

Dans cette zone (Figure 155, Figure 156), le substrat de base ne semble pas affecté lors des opérations de matriçage. En effet, la dureté caractéristique d'une ZAT non détensionnée est retrouvée (Figure 158). Dans cette zone, la simulation numérique (Figure 157) prévoit que la température en surface ne dépassera pas 600 °C, cette dernière est donc inférieure aux températures obtenues pour les deux zones précédemment caractérisées.

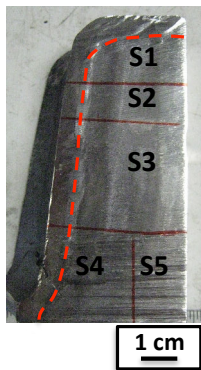


Figure 155 : Vue macroscopique du prélèvement M1-E1.

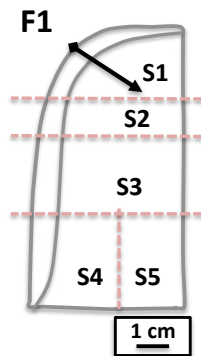


Figure 156 : Schéma du prélèvement M1-E1 avec positionnement de la filiation dans le rayon.

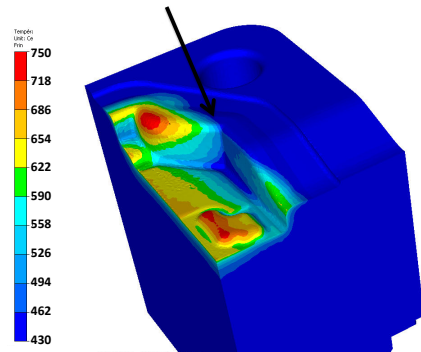


Figure 157 : Champ de température en fin de matriçage (simulation numérique sous Forge®, Aubert et Duval).

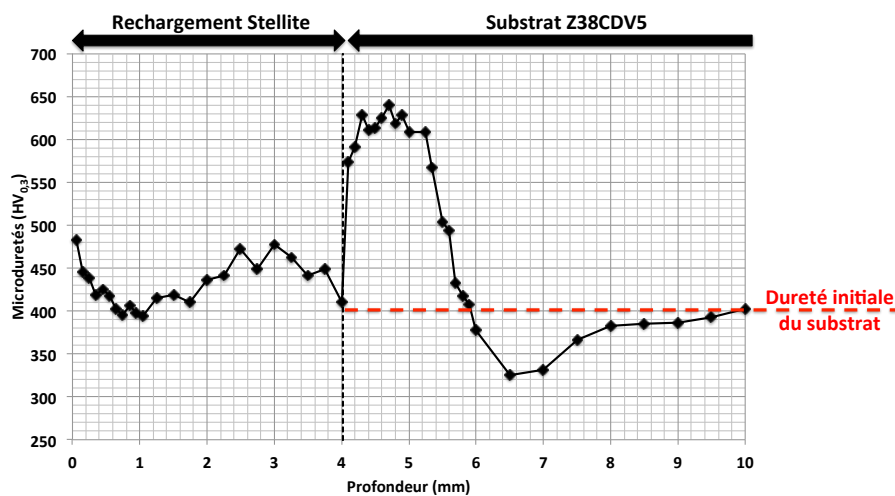


Figure 158 : Filiation de microdureté dans le rayon sur le prélèvement M1-E1.

- **Conclusion**

Pour l'échantillon M1-E1, prélevé dans une zone en sous-épaisseur, la dureté du substrat de base n'est pas affectée. On retrouve une dureté caractéristique d'une ZAT non détensionnée (soit environ 600 HV<sub>0,3</sub>).

### e. Conclusion de l'expertise de la matrice de mise en forme de ferrures

Quelle que soit la zone étudiée, un durcissement faible voir nul du rechargement Stellite est observé. La matrice ayant subi un meulage entre sa sortie de production et le prélèvement de nos échantillons, il est envisageable que la couche durcie pendant le matriçage ait été éliminée lors du meulage. L'expertise de cette matrice (N°4) a mis en évidence plusieurs modes d'endommagement :

- un endommagement important par fissuration est observé,
- un adoucissement important du substrat de base est observé sur plusieurs zones, associé à une sur-épaisseur. Cet adoucissement important présente un risque d'écoulement plastique. De plus, la déformation plastique a été observée en sous-couche dans une zone qui semble correspondre à la zone sur-revenue de la ZAT.

## 2. 5. Conclusion des expertises de matrices industrielles endommagées

Différents modes d'endommagement des matrices rechargées ont été mis en évidence lors des expertises de matrices industrielles du domaine aéronautique. La Figure 159 schématise les différents couplages entre les endommagements du rechargement et les endommagements du substrat qui ont été identifiés lors des expertises.

Les principaux endommagements observés sont :

- 1 – déformation plastique et écrouissage,
- 2 – usure abrasive,
- 3 – faïençage et fatigue thermique.

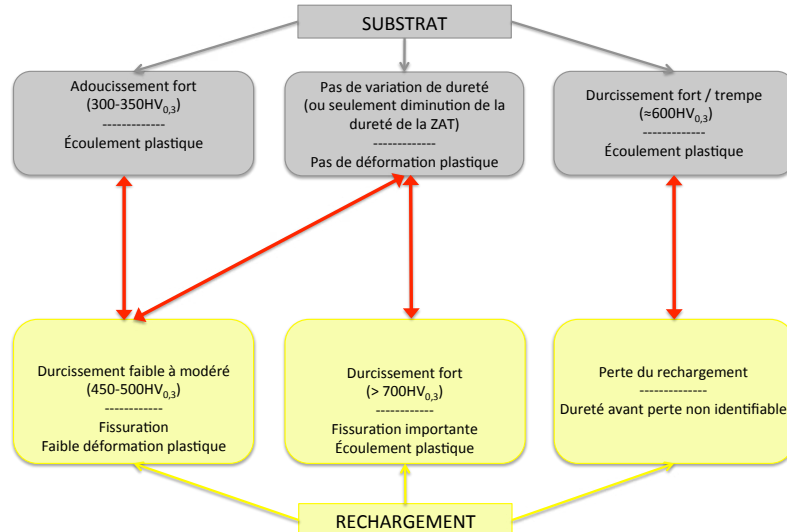


Figure 159 : Synthèse des différents types d'endommagement rencontrés sur les matrices expertisées.

*Ainsi, ces expertises de matrices industrielles ont mis en évidence des endommagements des rechargements mais également du substrat de base. Il est important de noter que ces travaux de thèse se focalisent, par la suite, sur les endommagements des rechargements (extrême surface) et leur comportement sous sollicitations tribologiques.*



## II. Étude du comportement mécanique des matériaux de rechargement de l'étude

Le comportement rhéologique des rechargements a été étudié par des essais de traction, sous sollicitations uni-axiales. Ces essais ont permis de déterminer le module d'Young ainsi que les propriétés mécaniques (limite d'élasticité, résistance mécanique, allongement à la rupture) des rechargements. Ces données sont utilisées, ensuite, par Aubert et Duval pour alimenter leurs calculs par éléments finis des étapes de forgeage.

L'adhérence entre les rechargements et le substrat a été étudiée par des essais de flexion 4 points afin de vérifier la bonne tenue interfaciale des ensembles substrat/rechargements.

### 1. Comportement en traction simple : propriétés rhéologiques

Pour tous les essais, la mesure de la déformation conventionnelle est réalisée par un extensomètre jusqu'à un maximum de 10 %. Au-delà de 10 %, elle est calculée à partir de la mesure du déplacement du vérin selon l'Équation 15. L'Équation 15 ne tient compte ni de l'élongation, ni de la raideur de l'ensemble éprouvette-machine-mors d'amarrage. Pour en tenir compte, un facteur correctif est déterminé à partir de la zone de l'essai sur laquelle on a simultanément accès à la mesure de déformation par l'extensomètre et à la mesure du déplacement du vérin. Enfin, la déformation conventionnelle est convertie en déformation rationnelle. Cette conversion est réalisée à partir de la déformation conventionnelle mesurée par extensomètre au-dessous de 10 %, et à partir de la déformation conventionnelle calculée et corrigée d'après la mesure du déplacement du vérin au-delà de 10 % selon l'Équation 16-a. De la même manière, la contrainte est rationalisée selon l'Équation 16-b. Les résultats présentés sont donc les résultats rationnels.

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$$

avec :  $\Delta l$  = déplacement du vérin, et  $l_0$  = longueur utile de l'éprouvette

**Équation 15 : Calcul de la déformation conventionnelle à partir du déplacement du vérin**

$$\varepsilon_{ratio} = \ln(1 + \varepsilon_{conv})$$

(a)

$$\sigma_{ratio} = (1 + \varepsilon_{conv}) \times \sigma_{conv}$$

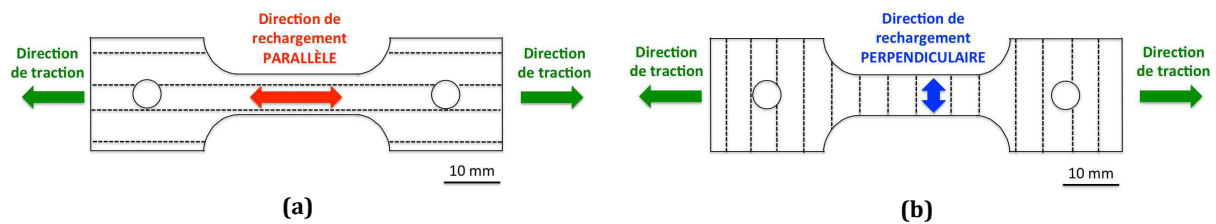
(b)

**Équation 16 : Passage des grandeurs conventionnelles aux grandeurs rationnelles, (a) déformation et (b) contrainte.**

Notons qu'un effet Portevin-le-Chatelier semble exister sur les rechargements Stellites. En effet, de fortes instabilités sont observées sur les courbes de traction. Ce phénomène n'est pas investigué dans ces travaux.

#### 1. 1. Influence de la direction de sollicitation par rapport à la direction de rechargement

L'influence de la direction de sollicitation par rapport à la direction de rechargement, c'est-à-dire par rapport à la direction des cordons de soudure, a été étudiée sur le rechargement Stellite 21 obtenu par procédé MIG. Deux directions de sollicitation ont été testées : parallèle (Figure 160-a) et perpendiculaire (Figure 160-b) à la direction des cordons de soudure.



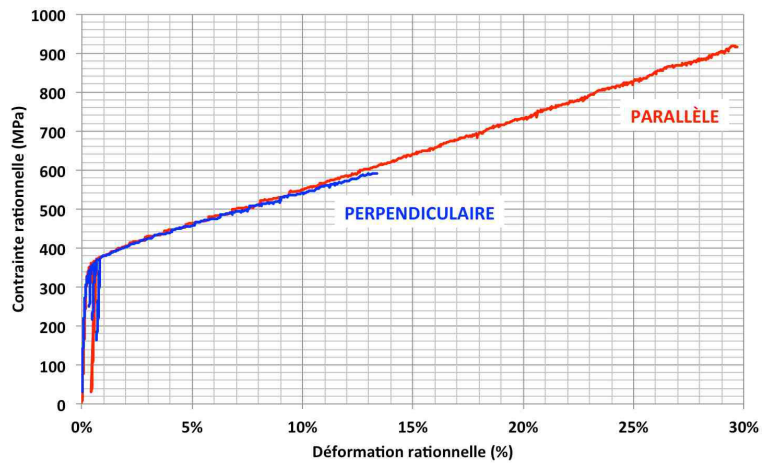
**Figure 160 : Schéma de l'orientation des cordons de soudure sur l'éprouvette par rapport à la direction de sollicitation en traction : (a) parallèle et (b) perpendiculaire.**

Les résultats des essais (Figure 161) montrent que le module d'Young et la limite d'élasticité sont indépendants de la direction de sollicitation par rapport à la direction de rechargement.

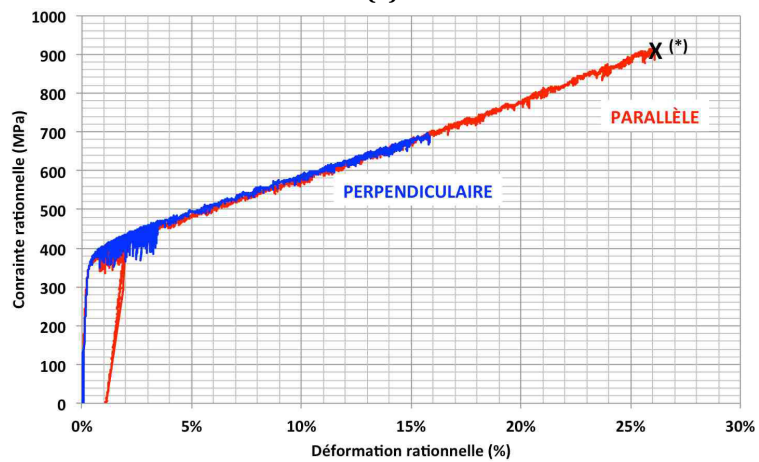
En revanche, notons que le fait de solliciter le rechargement dans la direction parallèle ou perpendiculaire aux cordons de soudure a une influence notable sur la résistance à la traction et sur l'allongement à la rupture. En effet, lorsque le Stellite 21 déposé par procédé MIG est sollicité dans la direction des cordons, l'allongement à la rupture est supérieur d'environ 115 % à l'allongement à la rupture lorsqu'il est sollicité perpendiculairement aux cordons. Ce résultat est attribuable à une hétérogénéité plus importante, et notamment à un nombre plus important d'« interfaces » dans le cas où le rechargement est sollicité perpendiculairement aux cordons. En effet, ces interfaces constituent des sites préférentiels de concentration de contrainte qui peuvent entraîner la formation de fissures et ainsi une diminution de l'allongement à la rupture.

De même une augmentation de l'ordre de 16 % de la résistance à la traction est observée entre une sollicitation parallèle et une sollicitation perpendiculaire aux cordons de soudure.

Selon ces résultats, il semble intéressant de déposer les rechargements de façon à ce qu'ils soient sollicités en traction dans le sens parallèle aux cordons de soudure. Les autres rechargements ont donc été caractérisés dans le sens parallèle aux cordons de soudure.



(a)



(\*) : Un problème indéterminé sur la machine a stoppé l'essai avant la rupture de l'éprouvette.

(b)

**Figure 161 : Influence de la direction de sollicitation par rapport à la direction des cordons de soudure sur le comportement en traction simple du Stellite 21 déposé par procédé MIG, selon les conditions d'essais : (a)  $10^{-2} s^{-1} / 600\text{ °C}$  et (b)  $10^{-3} s^{-1} / 600\text{ °C}$ .**

## 1. 2. Influence de la vitesse de sollicitation

L'influence de la vitesse de sollicitation a été étudiée sur la température d'essai la plus élevée pour déterminer le caractère viscoplastique des rechargements Stellites.

Les résultats (Figure 162) montrent que la vitesse de sollicitation ( $10^{-2} s^{-1}$ ,  $10^{-3} s^{-1}$ ) n'influence pas la partie élastique (module d'Young et limite d'élasticité). En revanche, la partie plastique semble dépendre de la vitesse de déformation, l'écoulement est viscoplastique. En effet, plus la vitesse de déformation est faible, plus l'écrouissage est important (c'est-à-dire plus la contrainte est élevée) pour un niveau de déformation donné. Cependant, cette variation étant faible (de l'ordre de 30 MPa) il est difficile de conclure de façon certaine quant à la sensibilité des rechargements Stellites à la vitesse de déformation.

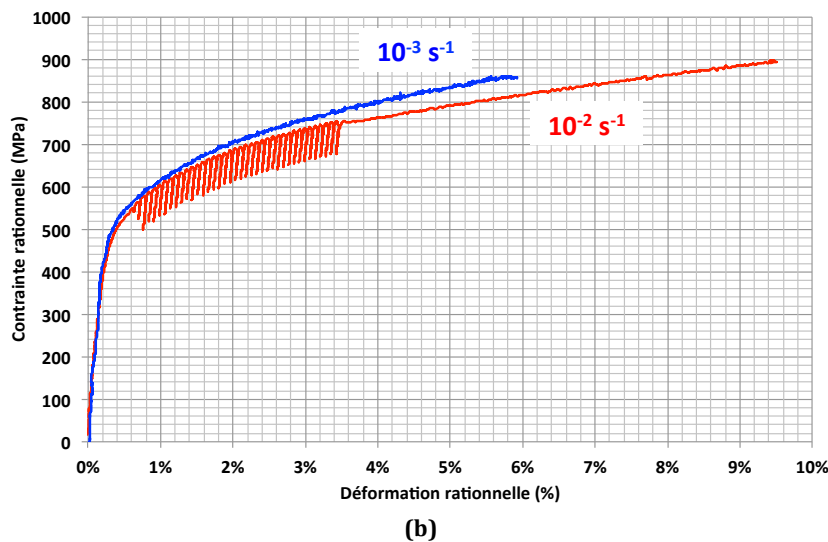
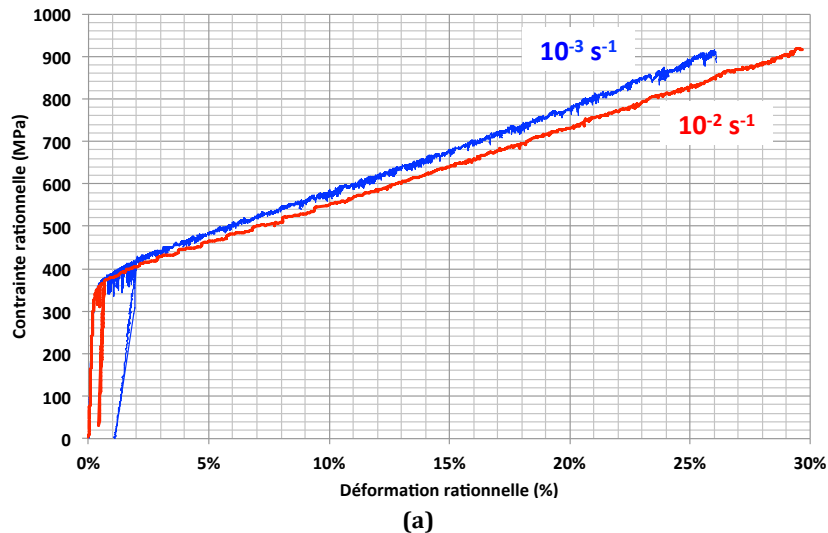


Figure 162 : Influence de la vitesse de déformation sur le comportement en traction simple à 600 °C de rechargements (a) Stellite 21 déposés par procédé MIG et (b) Stellite 6 déposé par procédé PTA.

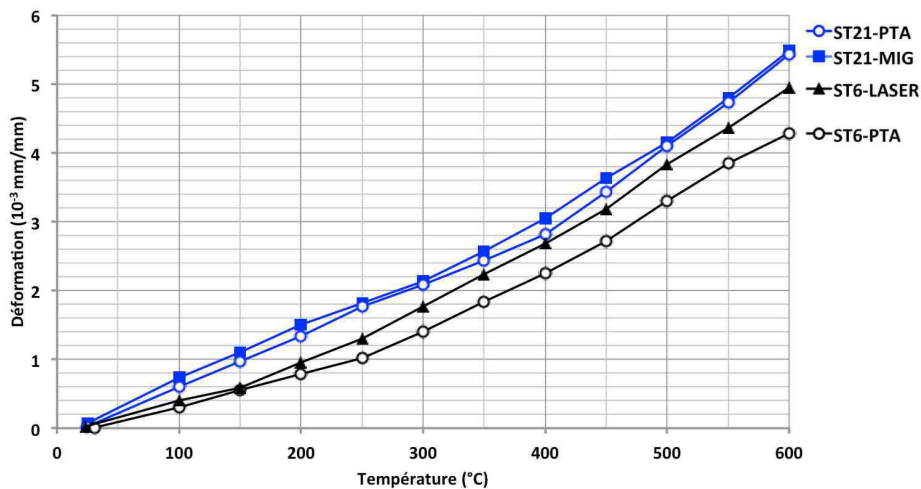
### 1. 3. Propriétés des rechargements et influence de la température

#### a. Coefficient de dilatation thermique

L'intérêt de connaître les coefficients de dilatation thermique des différents rechargements concerne la mise en œuvre de rechargements multi-matériaux constitués de couches de natures et/ou procédés de rechargements différents. En effet, la succession de couches ayant des coefficients de dilatation thermique différents est à proscrire car elle peut conduire à des contraintes thermomécaniques sévères aux interfaces.

Au cours de la montée en température des éprouvettes de traction, l'acquisition simultanée de leur déformation « thermique » mesurée par extensomètre et de leur température mesurée par thermocouple ont permis de suivre leur dilatation en fonction de la température (Figure 163).

Ces courbes (Figure 163) montrent que la dilatation thermique à une température donnée est sensiblement supérieure pour les rechargements Stellites 21 que pour les rechargements Stellites 6.



**Figure 163 : Courbe de dilatation en fonction de la température pour différents rechargements : Stellite 21 déposé par MIG et par PTA, Stellite 6 déposé par PTA et par LASER.**

Les courbes présentées sur la Figure 163 montrent que la dilatation des rechargements n'est pas linéaire avec la température. En effet, on peut observer une augmentation de la tangente à la courbe de dilatation avec la température.

Cette dernière observation est confirmée avec la détermination des coefficients de dilatation thermique, obtenue à partir de la pente des courbes d'évolution de la déformation en fonction de la température (Figure 164), qui présente une température de « transition » pour chacun des rechargements. Les coefficients de dilatation thermique ( $\alpha$ ) pour les différents rechargements sont synthétisés dans le Tableau 26. Ces résultats montrent que le procédé d'obtention des rechargements n'a pas d'influence sur le coefficient de dilatation thermique (Stellite 21 obtenu par procédés MIG et PTA / Stellite 6 obtenu par procédés PTA et LASER). En revanche, on observe une augmentation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la composition chimique du rechargement tel que Stellite 6 < Stellite 21.

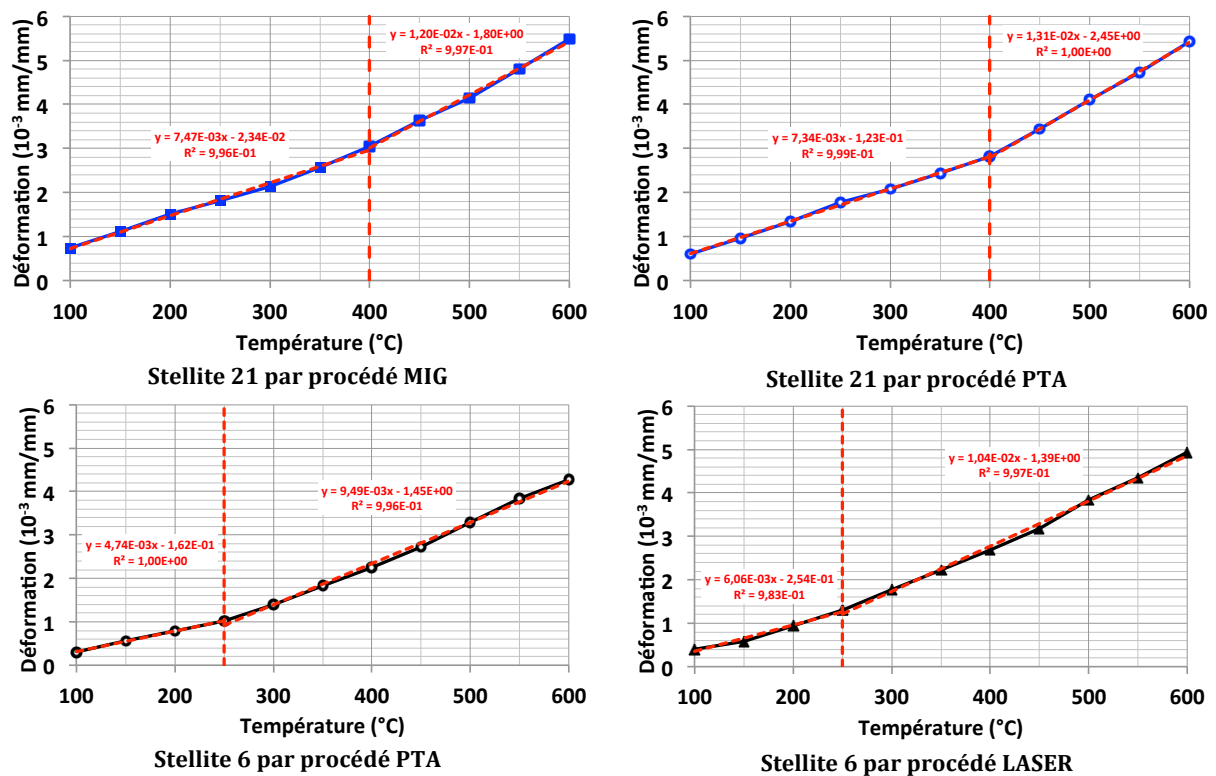


Figure 164 : Détermination du coefficient de dilatation thermique en fonction du niveau de température.

Rechargement	Température de changement de pente $T_c$ (°C)	Coefficient de dilatation thermique $\alpha_1$ pour $T < T_c$ ( $10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )	Coefficient de dilatation thermique $\alpha_2$ pour $T > T_c$ ( $10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )
Stellite 21 - MIG	400	7,47	12,0
Stellite 21 - PTA	400	7,34	13,1
Stellite 6 - PTA	250	4,74	9,49
Stellite 6 - LASER	250	6,06	10,4

Tableau 26 : Coefficients de dilatation thermique des rechargements en fonction du domaine de température.

On peut noter que nos résultats restent cohérents avec ceux donnés dans la littérature, malgré le fait qu'ils soient légèrement plus faibles. En effet, Fekih Ahmed [FEKI10] a déterminé un coefficient de dilatation thermique de  $13,6 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  à  $600 \text{ } ^\circ\text{C}$  pour un Stellite 6 obtenu par PTA et il cite un résultat de Revel donnant un coefficient de dilatation thermique de  $19,4 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  à  $600 \text{ } ^\circ\text{C}$  pour un Stellite 21 (pas d'information sur le procédé).

### b. Module d'Young

Les résultats d'évolution du module d'Young en fonction de la température montrent :

- que pour les différents rechargements Stellite 21 (Figure 165-a), le module d'Young diminue lorsque la température augmente (diminution de l'ordre de 20 GPa entre  $20 \text{ } ^\circ\text{C}$  et  $600 \text{ } ^\circ\text{C}$ ),
- pour les rechargements Stellite 6 (Figure 165-b), le module d'Young est sensiblement constant avec la température (entre  $20 \text{ } ^\circ\text{C}$  et  $600 \text{ } ^\circ\text{C}$ ).

Ces résultats montrent également une influence de la composition chimique sur le module d'Young des rechargements. En effet, pour un même procédé (PTA), le Stellite 6 a un module d'Young plus élevé que le Stellite 21 (Figure 166). Ce résultat est attribuable à une teneur en carbone plus importante dans le Stellite 6 (1,2 %mass) que dans le Stellite 21 (0,27 %mass), qui entraîne une teneur en carbures (plus rigides que la matrice) beaucoup plus importante dans le Stellite 6. Cette dernière observation sera détaillée dans le chapitre 4.

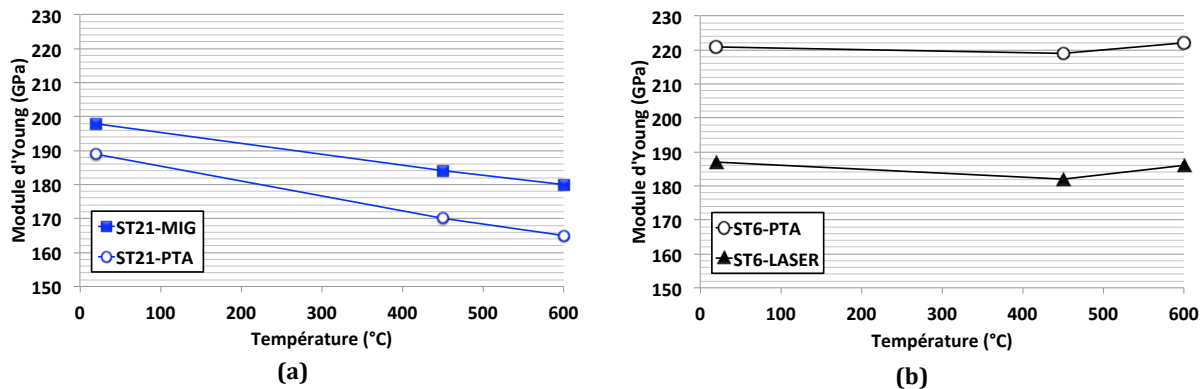


Figure 165 : Évolution du module d'Young en fonction de la température pour les différentes nuances de rechargement : (a) Stellite 21 (ST21) et (b) Stellite 6 (ST6).

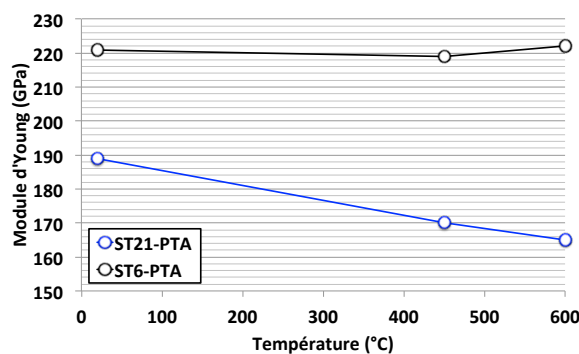


Figure 166 : Influence de la composition chimique du rechargement (Stellite 21, Stellite 6) sur le module d'Young.

### c. Limite d'élasticité

La limite d'élasticité est certainement le paramètre le plus important concernant l'application industrielle sur des matrices de forgeage à chaud. En effet, les matrices de forgeage sont usinées selon des dimensions « précises » (tolérances) et leur déformation plastique en service entraîne des variations dimensionnelles qui conduisent à leur sortie de production pour réparations. Ainsi, il faut s'assurer qu'en service, la limite d'élasticité ne soit pas atteinte.

Pour les rechargements base cobalt étudiés (Figure 167), on peut noter une diminution de la limite d'élasticité lorsque la température de sollicitation augmente.

De plus, la nature des rechargements joue un rôle sur la limite d'élasticité. En effet, on observe une limite d'élasticité plus élevée pour les rechargements Stellite 6 que pour les rechargements Stellite 21. Ce résultat peut être relié à la teneur en carbone plus importante dans le Stellite 6, qui conduit à un taux de carbures plus important et ainsi à une dureté plus élevée. La limite élastique étant sensiblement reliée à la dureté du matériau, ceci peut expliquer la limite élastique supérieure des Stellites 6 par rapport à celle des Stellites 21.

Le procédé semble également jouer un rôle sur la limite d'élasticité des rechargements. L'influence du procédé de rechargement peut être reliée à l'énergie de soudage qui lui est



associée et ainsi aux vitesses de refroidissements qui induisent des différences de tailles de microstructure. Ces résultats seront discutés dans le chapitre 4.

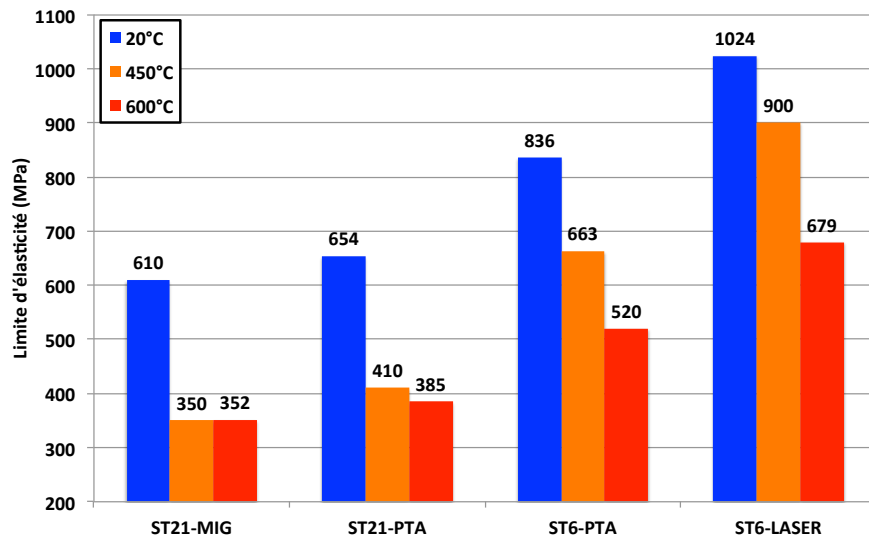


Figure 167 : Limite d'élasticité des différents rechargements pour des températures de 20 °C, 450 °C et 600 °C.

#### d. Allongement à la rupture

L'allongement à la rupture, représentatif de la ductilité des différents rechargements est hétérogène. On peut noter une influence de la nature des matériaux et également du procédé d'obtention (Figure 168). En effet, pour un même procédé de rechargement, le Stellite 21 a une ductilité plus importante que le Stellite 6 (cas du PTA) et pour une même nuance, les rechargements MIG sont plus ductiles que les rechargements PTA (cas du Stellite 21), de même que les rechargements PTA sont plus ductiles que les rechargements LASER (cas du Stellite 6).

Pour les rechargements base cobalt, l'influence de la nature des rechargements sur la ductilité peut être reliée à la teneur en carbone. La teneur en carbone, supérieure dans les rechargements Stellite 6 (1,2 %mass) que dans les rechargements Stellite 21 (0,27 %mass) induit une précipitation de carbures plus importante, fragilisant ainsi les espaces interdendritiques et conduisant à une rupture plus « prématurée » des rechargements Stellite 6.

De plus, de façon générale, la ductilité des différents rechargements augmente avec la température d'essai. Notons que dans le cas du Stellite 6 - LASER à 450 °C, la rupture prématurée est due à la présence d'une porosité de taille relativement importante ( $\varnothing \approx 600 \mu\text{m}$ ) dans la zone utile de l'éprouvette (Figure 169).

En faisant le lien entre « allongement à la rupture » et « limite d'élasticité », on observe une diminution de l'allongement à la rupture des rechargements lorsque leur limite d'élasticité augmente. Ce compromis, classique et généralement observé pour l'ensemble des métaux, est bien vérifié dans le cas des Stellites.

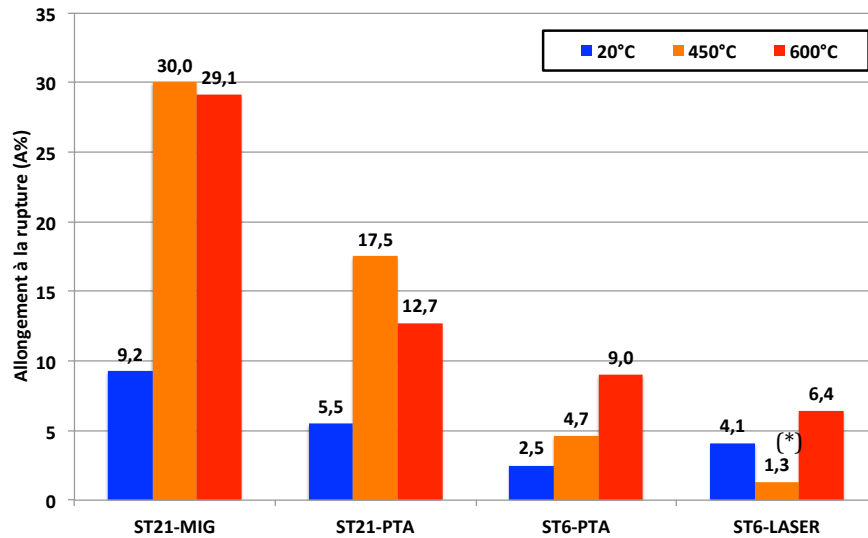


Figure 168 : Allongement à la rupture des différents rechargements pour des températures de 20 °C, 450 °C et 600 °C.  
 (\*) : présence d'une porosité.

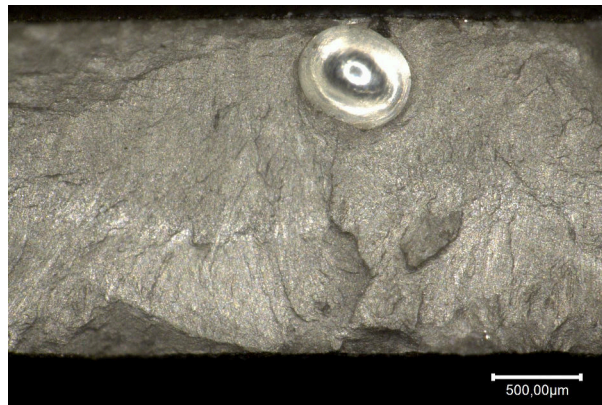


Figure 169 : Stellite 6-LASER, 450 °C : observation d'une porosité de taille importante ( $\Phi \approx 600 \mu\text{m}$ ) responsable de la rupture prématurée de l'éprouvette.

#### e. Observation des faciès de rupture

Les faciès de rupture ont été observés au MEB. Sur les images obtenues, on peut distinguer les « grains » et les espaces interdendritiques (Figure 170). On peut ainsi en conclure que la rupture s'est produite dans les zones interdendritiques. Ce résultat n'est pas aberrant du fait que les espaces interdendritiques sont les zones « fragiles » car ils contiennent les carbures. L'aspect de « clivage », avec des arêtes franches témoigne également d'une rupture plutôt fragile des rechargements Stellite.

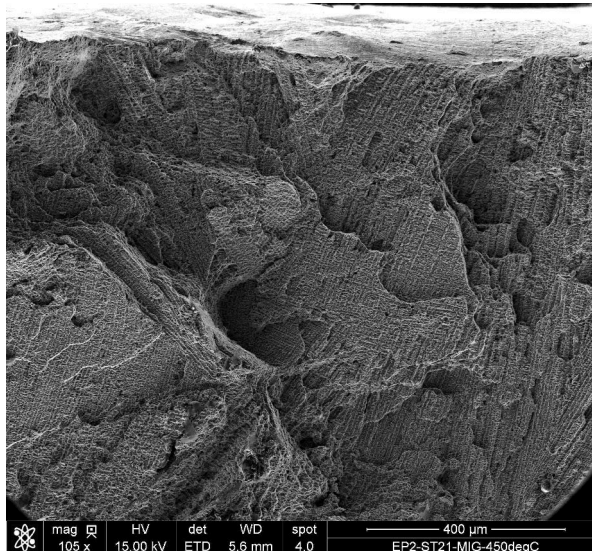
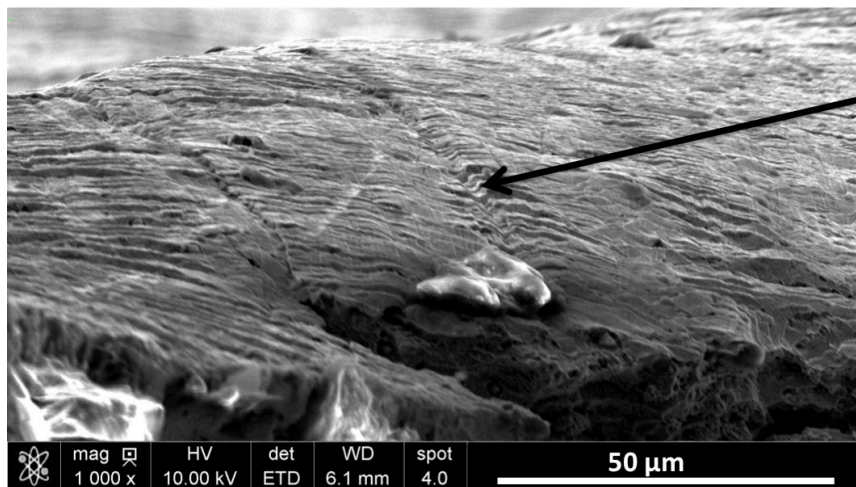


Figure 170 : Observation MEB d'un faciès de rupture (exemple du ST21-MIG\_450°C\_10<sup>-2</sup>s<sup>-1</sup>).

Les observations de la surface des éprouvettes mettent en évidence des lignes de glissement (Figure 171), associées à la déformation plastique par le mécanisme de glissement des dislocations. En effet, le glissement de ces dernières peut les conduire à déboucher en surface, créant ainsi des « marches ».



Lignes de glissement

Figure 171 : Observations de lignes de glissement à la surface des éprouvettes de traction.

#### 1. 4. Structure cristallographique

La structure cristallographique des rechargements a été caractérisée par DRX en configuration  $\theta$ - $\theta$ . La structure non déformée des rechargements, analysée sur le talon des éprouvettes, est CFC. De même, les analyses dans la zone déformée, réalisées dans la zone utile des éprouvettes, présentent également les pics caractéristiques de la structure CFC. Un exemple est donné sur la Figure 172, pour le cas d'un rechargement ST21-MIG. Ainsi, quel que soit le rechargement étudié et quelles que soient les conditions des essais de traction, aucune transformation de phase n'a été observée après essais.

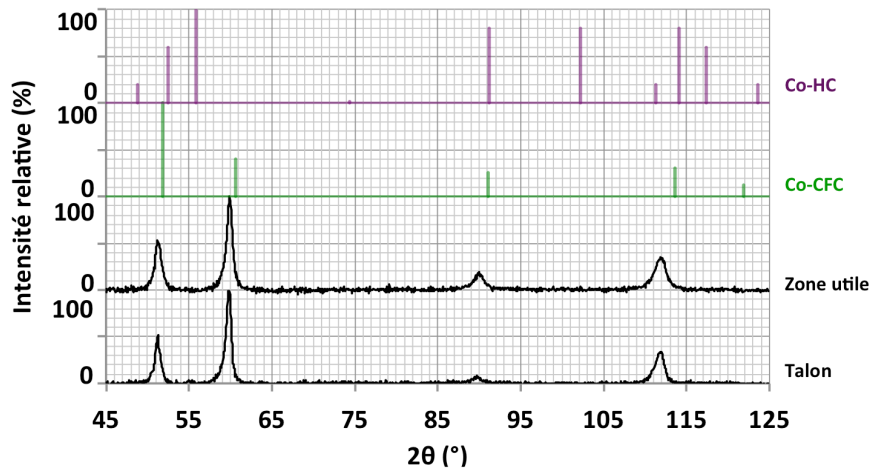


Figure 172 : Structure cristallographique des rechargements au niveau de la zone non déformée (talon) et de la zone déformée (zone utile). Exemple d'un rechargement ST21-MIG.

### 1. 5. Conclusion

Les essais de traction ont mis en évidence des différences de comportement mécanique entre les rechargements investigués dans ce travail de thèse.

Ces essais ont montré un comportement plutôt « fragile » des rechargements Stellite 6 et plus ductile pour les rechargements Stellite 21. Ce résultat est relié à la fraction volumique en carbures qui fragilise les rechargements Stellite 6. En revanche, ces derniers présentent une limite élastique intéressante car plus élevée que pour les rechargements Stellite 21. Outre l'effet de la composition chimique du matériau d'apport, le procédé de rechargement induit également des différences de comportement. La ductilité des rechargements diminue avec l'affinement des microstructures alors que la limite d'élasticité augmente avec l'affinement des microstructures. Ainsi, la limite d'élasticité la plus élevée est obtenue pour les rechargements Stellite 6 déposés par procédé LASER qui combinent une forte teneur en carbures et une structure fine.

Ces résultats peuvent être utilisés pour alimenter des logiciels de calcul, de type Abaqus® ou encore Forge®, utilisés par Aubert et Duval pour le dimensionnement des rechargements sur matrices industrielles. Ce dernier point ne fait pas l'objet de cette thèse.

## 2. Comportement en flexion 4 points : adhérence

Ce paragraphe débute par la présentation et l'analyse des courbes de flexion obtenues pour les rechargements ST21-MIG, ST6-LASER et ST6-PTA, à différentes températures (20 °C, 450 °C, 600 °C et 850 °C). La procédure des essais de flexion est présentée dans le chapitre 2-II-1.2.

Ensuite, pour les essais réalisés sur le ST21-MIG, l'ajout d'un essai à plus haute température (850 °C) que celles définies pour l'ensemble des essais de la thèse (20 °C, 450 °C et 600 °C) a été utilisé pour étudier l'effet de la température sur l'évolution de la dureté de l'AD820.

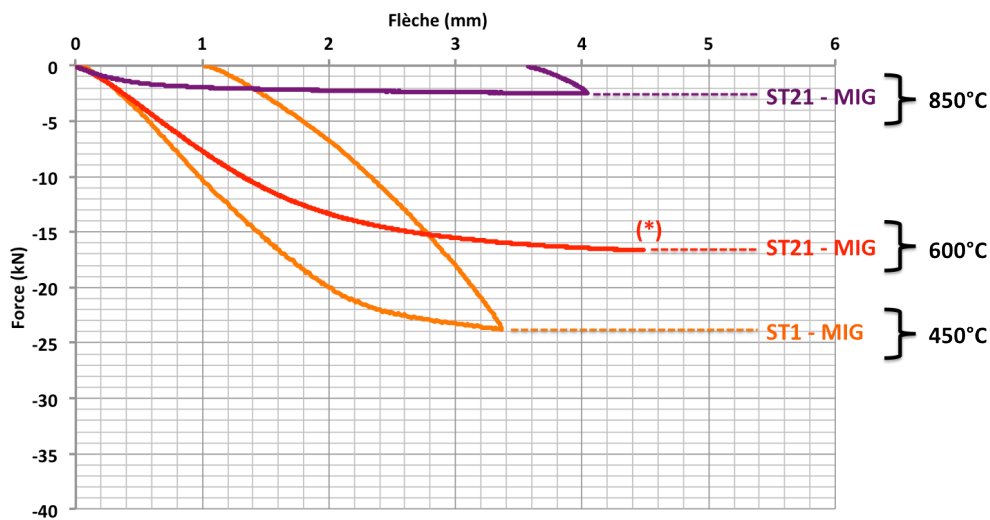
Enfin, pour la seule éprouvette qui a présenté une fissure, cette dernière a été ouverte et le faciès de rupture a été observé afin de caractériser le mode de rupture.

## 2. 1. Courbes de flexion

Les courbes d'évolution de la force (en kN) en fonction de la flèche (en mm) sont présentées par nature de rechargement, sur la Figure 173 pour le Stellite 21 et sur la Figure 174, pour le Stellite 6.

Pour un niveau de chargement (force) donné, le niveau de déformation du rechargement Stellite 6 – PTA est supérieur au niveau de déformation du Stellite 6 – LASER. Cette différence de comportement du Stellite 6 en fonction du procédé de rechargement (PTA, LASER) s'atténue lorsque la température d'essai augmente.

Toutes les éprouvettes présentent une déformation résiduelle après essai. Cette dernière est d'autant plus importante que la température augmente, témoignant d'une déformation plastique plus importante à haute température. Ce résultat peut être relié avec la diminution de la limite d'élasticité lorsque la température augmente. Notons que, contrairement aux essais de traction, dans ce cas, les résultats combinent la contribution du rechargement avec celle du substrat.



(\*) : pour l'essai à 600°C, la décharge ne s'est pas enregistrée.

Figure 173 : Courbes de flexion pour un rechargement Stellite 21 déposé par procédé MIG sur un substrat en AD820.

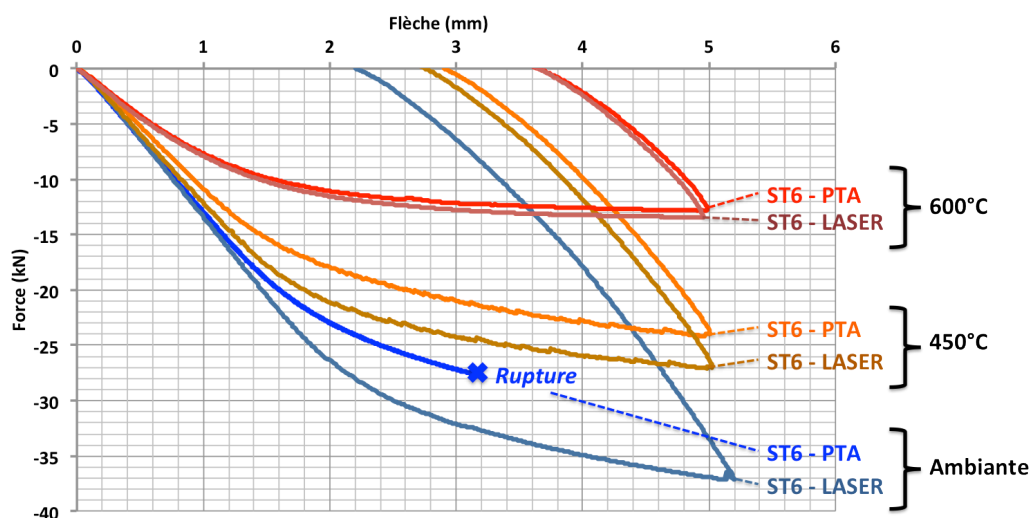


Figure 174 : Courbes de flexion pour des rechargements Stellite 6 déposés par procédé PTA et LASER sur un substrat en AD820.



## 2. 2. Influence de la température sur la dureté de la ZAT

Les éprouvettes rechargées en ST21-MIG ont été utilisées pour étudier l'influence de la température sur la dureté du substrat de base (acier AD820). Après essai à 450 °C, 600 °C et 850 °C, les échantillons ont été prélevés en coupes dans le sens travers au centre des éprouvettes (Figure 175-a). Les résultats montrent que la température joue un rôle non négligeable sur la dureté du substrat de base (Figure 175-b) :

- pour une température de 450 °C, la dureté d'une ZAT « classique » d'un rechargement MIG est observée. Au-delà d'environ 12 mm de l'interface, on retrouve la dureté du substrat de base (400 HV)
- pour une température de 600 °C, un adoucissement de la ZAT de l'ordre de 50 HV est observé. De même, le substrat est adouci dans la masse d'environ 50 HV.
- Pour une température de 850 °C, supérieure à la température d'austénitisation de l'AD820 ( $A_{c3} = 790$  °C pour l'AD820), le substrat est entièrement trempé malgré un refroidissement lent après essai (refroidissement dans le four éteint, porte fermée). Cette dernière information corrobore la forte trempabilité de l'AD820.

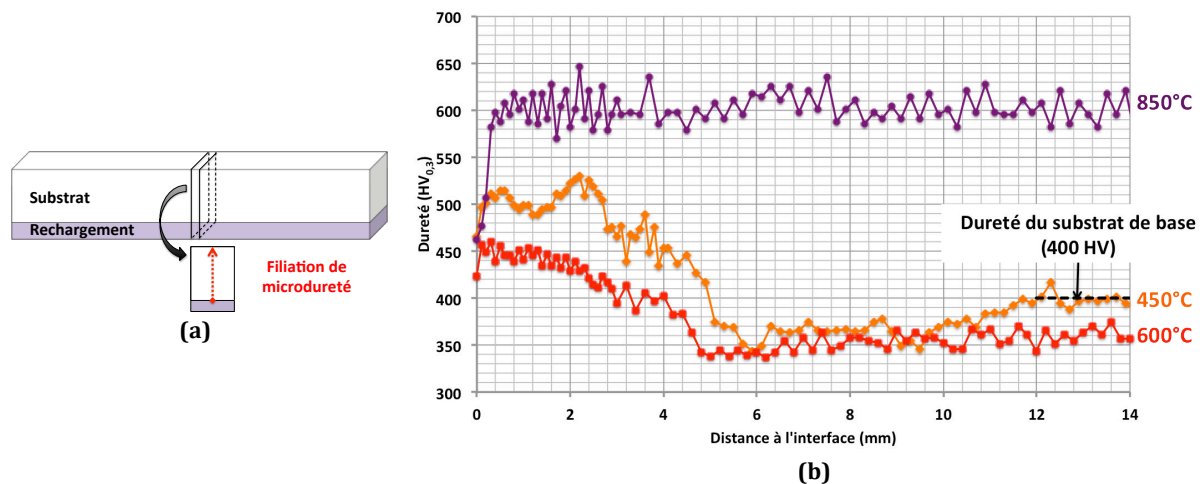


Figure 175 : Filiaisons de dureté dans le substrat de base pour différentes températures d'essais, (a) zones de prélèvement et (b) résultats des mesures.

On peut faire un lien entre ces résultats et ceux observés lors des expertises sur matrices industrielles. En effet, d'après ces résultats, on peut penser que lorsque l'acier de base est adouci à des valeurs de 300 HV, y compris dans la ZAT, la température « vue » par le substrat est comprise entre 600 °C et 850 °C. On peut également dire que pour le cas où le substrat de base est trempé, sa température a dépassé les 790 °C (température d'austénitisation de l'AD820).

## 2. 3. Observations macroscopiques et microscopiques de l'éprouvette fissurée

L'observation macroscopique (Figure 176) de l'éprouvette fissurée (ST6-PTA-20 °C) montre une large fissure ( $\approx 800$   $\mu\text{m}$  de large dans la partie supérieure) qui se propage de façon quasi-rectiligne, perpendiculairement à la direction de sollicitation en traction. L'amorçage de la fissure semble être liée à la zone du rechargement. Au niveau de l'interface, la fissure continue à se propager de façon quasi-rectiligne dans le substrat de base. Après ouverture de la fissure, des observations en MEB (Figure 177) ont mis en évidence la microstructure dendritique des rechargements, ce qui permet d'en déduire que la propagation de la fissure a eu lieu dans les espaces interdendritiques.

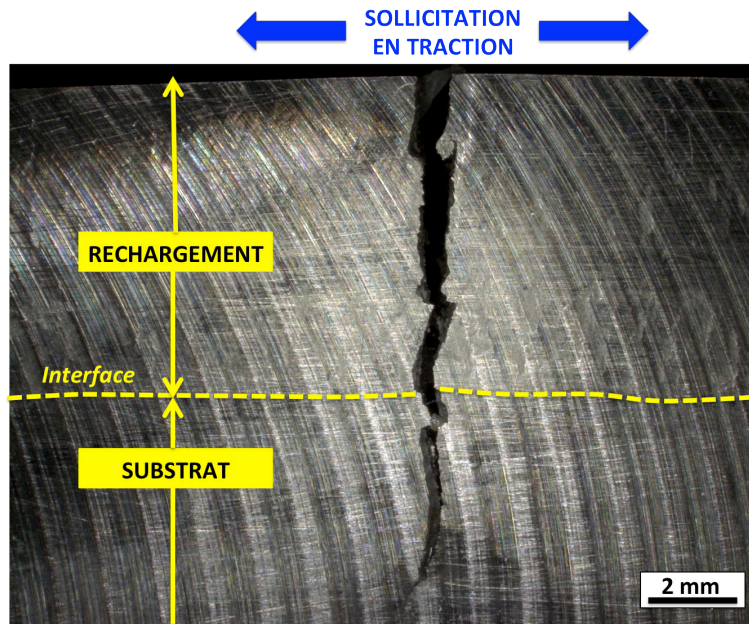


Figure 176 : Observation macroscopique de la fissure, cas du rechargement ST6-PTA.

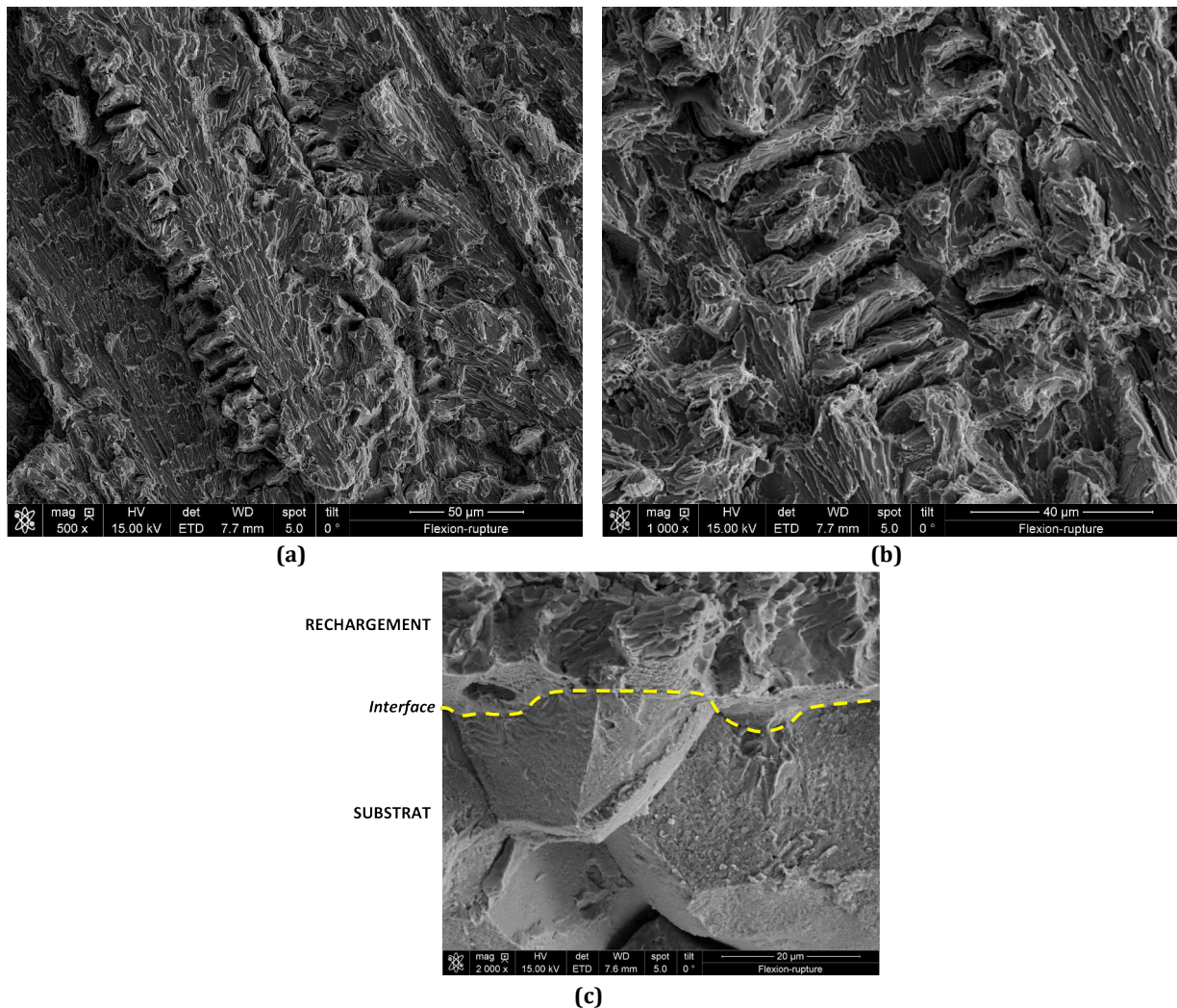


Figure 177 : Observation MEB du faciès de rupture sur l'éprouvette Stellite 6 déposé par procédé PTA lors de l'essai à 20°C, (a) et (b) zone de rechargement et (c) zone d'interface entre le rechargement et le substrat.



## 2. 4. Conclusion

Les essais de flexion 4 points ont montré une très bonne adhérence entre les rechargements et le substrat de base AD820 pour tous les couples nuance/procédé étudiés. Les éprouvettes ont été déformées plastiquement lors des essais (déformation résiduelle) mais aucune fissure n'a été observée à l'interface sur les échantillons après essais. Dans le cas où de la fissuration a été observée (cas d'un seul échantillon), elle est attribuée à la rupture mécanique du rechargement et non à un délaminage à l'interface substrat/rechargement. Ce premier point répond donc à l'objectif premier des essais de flexion 4 points qui était de tester l'adhérence des rechargements.

Ces essais ont également montré une plasticité plus importante à haute température, cette dernière est reliée à une diminution de la limite d'élasticité lorsque la température augmente. Enfin, ces essais ont permis d'observer un adoucissement de l'acier (ZAT et zone non affectée par le procédé) de l'ordre de 50 HV lorsque la température de l'essai est de 600°C et la trempe généralisée de l'acier lors de l'essai réalisé à 850 °C.

## 3. Conclusion

Les expertises de matrices industrielles rechargées (ST21-MIG) et endommagées ont permis d'identifier les principaux modes d'endommagement :

- substrat :
  - o adoucissement,
  - o déformation plastique, voire écoulement plastique,
- rechargement :
  - o écrouissage,
  - o déformation plastique,
  - o fissuration.

Les essais mécaniques ont montré une faible ductilité des Stellites, notamment dans le cas du Stellite 6, même à haute température (600 °C). La bonne adhérence entre le rechargement et le substrat a été démontrée par les essais de flexion 4 points.

## Chapitre 4

# Comportement à l'endommagement sous sollicitations tribologiques des matériaux de rechargement de l'étude

Ce chapitre présente les résultats de l'étude du comportement des rechargements sous sollicitations de frottement. Des essais ont été réalisés à l'échelle semi-industrielle sur la presse-pilote de 300 T d'Aubert et Duval et à l'échelle du laboratoire sur le tribomètre fortes charges de l'École des Mines d'Albi-Carmaux.

La première partie présente les résultats des essais de poinçonnage et de forgeage semi-industriels. La description du moyen, c'est-à-dire la presse pilote de 300 T d'Aubert et Duval et des conditions d'essais, est donnée dans le chapitre 2-II.2.

La deuxième partie présente les résultats tribologiques, de l'échelle macroscopique (évolution du coefficient de frottement, volume d'usure) à l'échelle microscopique (évolution de la microstructure, dureté, analyse de phase) permettant d'étudier les mécanismes de déformation plastique des rechargements base cobalt de l'étude. Des essais dits « de référence » et des caractérisations dites « de référence » (MO, MEB, topographie, microdureté, analyse de phase par DRX) ont été réalisés sur l'ensemble des rechargements sélectionnés dans le cadre du projet ROOF. Pour compléter ces investigations, des essais complémentaires (« interrompus » et temps longs) ainsi que des analyses complémentaires (STEM, EBSD, figures de pôles par DRX) ont été réalisés afin de caractériser plus finement les phénomènes activés.

## I. Comportement sur presse semi-industrielle

Deux géométries ont été étudiées sur la presse semi-industrielle. Une géométrie de type poinçon et une géométrie de type mini-matrice (Chapitre 2-II.2).

### 1. Essais de type poinçon

#### 1. 1. Variations dimensionnelles

Le contrôle dimensionnel, par mesures scan 3D réalisées par Aubert et Duval, a été effectué sur deux poinçons en AD820 rechargés en Stellite 21 par procédé MIG (un rechargement d'épaisseur visée de 3 mm et l'autre de 6 mm). La Figure 178 montre le résultat obtenu sur le rechargement de 3 mm (résultat fortement similaire à celui obtenu pour une épaisseur de 6mm).

Après poinçonnage de cinq lopins en Inconel 718 à la température de 1000 °C, on constate une perte de hauteur de l'ordre de 3 mm (étiquettes jaunes) et un élargissement de l'ordre de 1 mm (étiquettes roses). Il y a donc affaissement du poinçon sous l'effet des sollicitations thermiques et mécaniques dues à l'essai de poinçonnage.

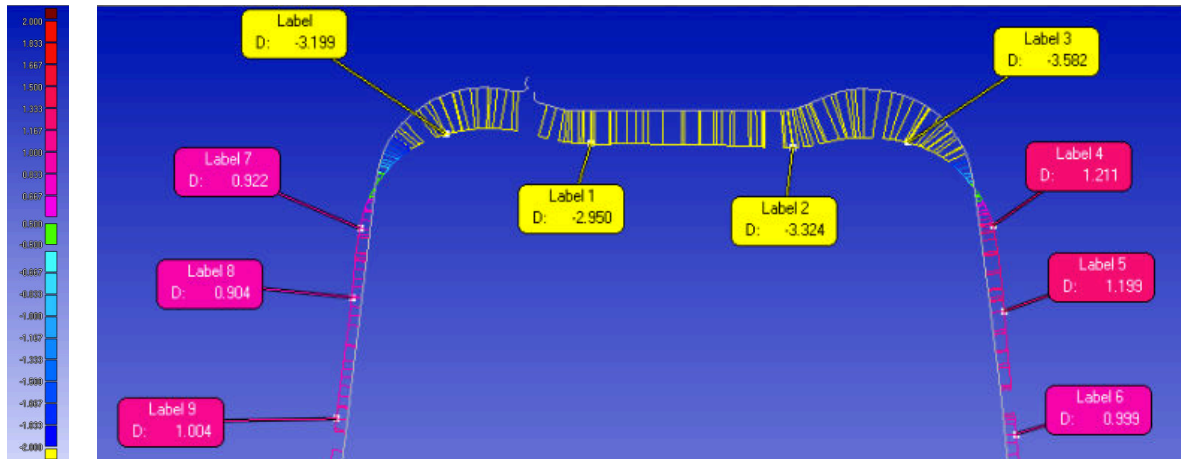


Figure 178 : Variations dimensionnelles du poinçon rechargé 3 mm en Stellite 21 MIG.

Suite à ces mesures, nous avons réalisé un relevé manuel de profil à partir d'une coupe transversale des différents poinçons testés, c'est-à-dire :

- poinçon en AD820 nu après mise en forme de trois lopins,
- poinçon en AD820 rechargé « 3 mm » en ST21-MIG après mise en forme de cinq lopins,
- poinçon en AD820 rechargé « 6 mm » en ST21-MIG après mise en forme de cinq lopins.

Ces trois profils ont été comparés au profil initial du poinçon, obtenu à partir du scan de la Figure 178, et cette comparaison (Figure 179) met également en évidence l'affaissement des poinçons (perte de hauteur et élargissement). Cet affaissement est d'autant plus important que le poinçon est nu ou que l'épaisseur de rechargement est faible.

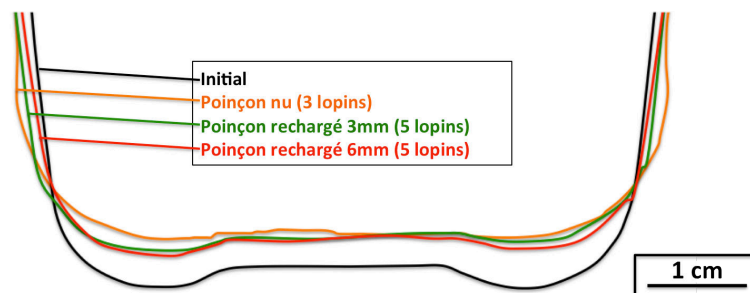


Figure 179 : Schématisation de la variation dimensionnelle des poinçons : profil initial, profil après trois lopins sur poinçon en AD820 nu, profil après cinq lopins sur poinçon en AD820 rechargé « 3 mm » en ST21-MIG, profil après cinq lopins sur poinçon en AD820 rechargé « 6 mm » en ST21-MIG.

## 1. 2. Observations macroscopiques

Pour les observations macroscopiques, les poinçons étant axisymétriques, ils ont été coupés en deux parties dans l'une des diagonales, polis au grain 1200 et attaqués chimiquement pour révéler la structure. Les macrographies sont présentées en Figure 180.

Sur le poinçon non rechargé (Figure 180-a), une épaisseur de l'ordre de 5mm est affectée dans le rayon. En effet, une coloration « gris foncé » est observée, cette dernière pouvant être associée à un effet de la température.

Sur les poinçons rechargés de « 3 mm » (Figure 180-b) et « 6 mm » (Figure 180-c), deux zones caractéristiques sont distinguables :

- la zone « brillante » correspond au rechargement Stellite 21 (ST21),
- la zone sous le rechargement correspond à la ZAT, due au procédé de rechargement.

Dans le cas des poinçons rechargés, du fait de la ZAT il est plus difficile de distinguer l'effet thermique au cours de l'essai par un changement de coloration du substrat. On peut cependant dès à présent dire (ceci sera confirmé dans le paragraphe suivant sur les filiations de microdureté dans le rayon des poinçons) qu'un effet de température existe également sur les poinçons rechargés. En effet, dans le rayon du poinçon rechargé de « 3 mm », on retrouve une coloration « gris foncé » et l'épaisseur « Stellite + gris foncé » est également de l'ordre de 5 mm. Pour le poinçon rechargé sur « 6 mm », cette coloration « gris foncé » n'est pas visible, seule la coloration « gris clair » due à la ZAT persiste.

L'épaisseur affectée par les opérations de poinçonnage est donc de l'ordre de 5 mm quel que soit le poinçon expertisé. Cette épaisseur est alors comprise dans le rechargement pour le poinçon rechargé « 6 mm » et affecte le substrat pour les poinçons nu et rechargé sur « 3 mm ».

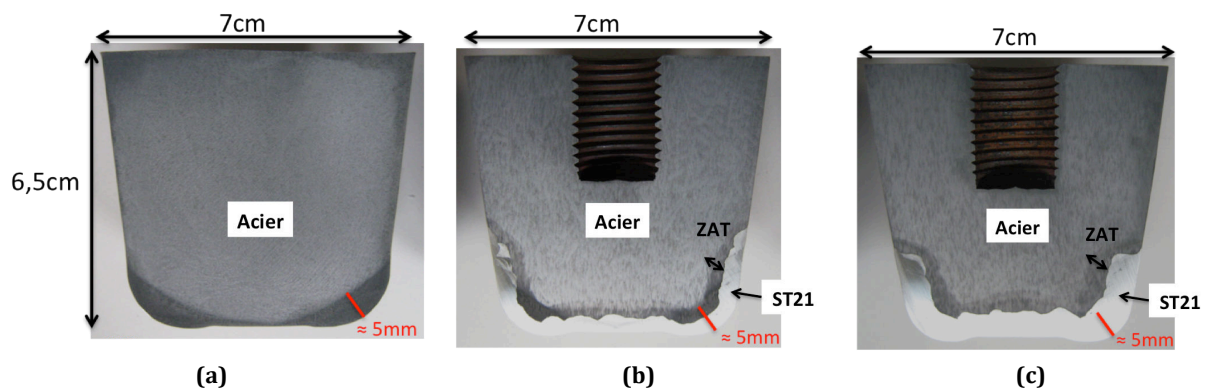


Figure 180 : Macrographies en coupe des poinçons après essais, (a) : acier nu, (b) acier rechargée en Stellite 21 par procédé MIG sur « 3 mm » et (c) acier rechargée en Stellite 21 par procédé MIG sur « 6 mm ».

### 1. 3. Filiations de microdureté dans le rayon des poinçons

Les filiations de microdureté ( $HV_{0,3}$ ) ont été réalisées dans le rayon de chaque poinçon, dans la direction perpendiculaire à la tangente au rayon (Figure 181).

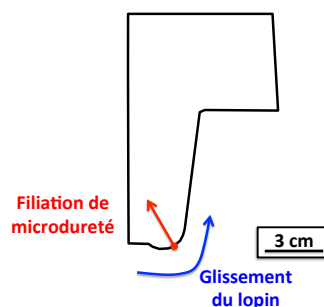


Figure 181 : Schéma du positionnement des filiations de microdureté dans le rayon des poinçons.

#### a. Poinçon en AD820 nu après mise en forme de trois lopins

Les résultats de microdureté (Figure 182) mettent en évidence un durcissement en surface ( $\approx 600 HV_{0,3}$  sur 4 - 5 mm) laissant supposer que le poinçon a été trempé lors des opérations de poinçonnage. En effet, la dureté de base de l'AD820 (après traitement thermique de trempé et double revenu) est de l'ordre de  $400 HV_{0,3}$  et la dureté de l'AD820 brut de trempé est de l'ordre de  $600 HV_{0,3}$ . Ainsi, la température en surface du poinçon initialement préchauffé à  $400^\circ C$ , en contact avec le lopin préchauffé à  $1000^\circ C$ , a dû dépasser la température d'austénitisation ( $790^\circ C$  pour l'AD820). En raison de la très bonne trempabilité de l'AD820, le refroidissement à l'air a alors conduit à une trempé en surface expliquant le niveau de dureté

observé. Ensuite, au-delà de 5 mm de profondeur, la dureté décroît jusqu'à 300 HV<sub>0,3</sub> (dureté caractéristique de l'AD820 sur-revenu) puis remonte jusqu'à des valeurs de l'ordre de 350 HV<sub>0,3</sub> sur toute l'épaisseur mesurée : l'AD820 est adouci dans sa masse.

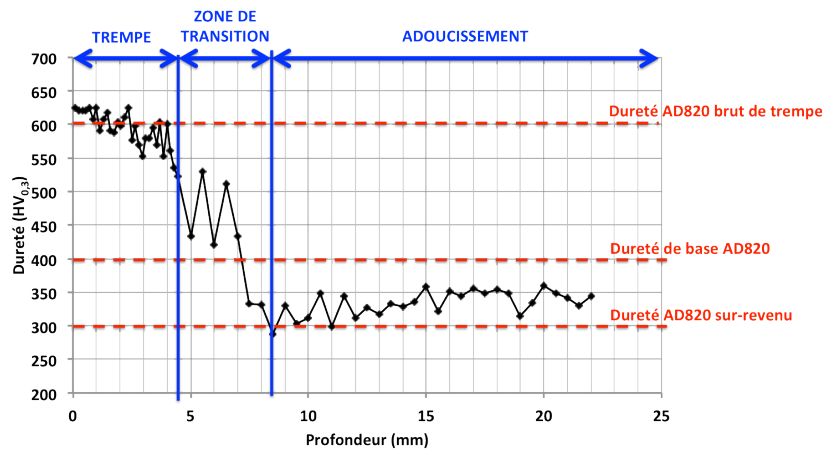


Figure 182 : Filiation de microdureté dans le rayon du poinçon en AD820 nu après trois lopins poinçonnés.

**b. Poinçon en AD820 rechargé 3 mm en ST21-MIG après mise en forme de cinq lopins**

Pour le poinçon rechargé d'une épaisseur visée de 3 mm (Figure 183), le Stellite présente une dureté stable de l'ordre de 400 HV<sub>0,3</sub> sur toute l'épaisseur du rechargement ( $\approx 4$  mm) et cette valeur correspond à sa dureté initiale. Au-dessous du Stellite, l'AD820 ne présente pas la dureté classique d'une ZAT détensionnée (de l'ordre de 500 HV<sub>0,3</sub>) mais une dureté de l'ordre de 600 HV<sub>0,3</sub> caractéristique de l'AD820 brut de trempe. Au-dessous de la zone retrempée, la dureté décroît jusqu'à 300 HV<sub>0,3</sub> puis remonte jusqu'à des valeurs de l'ordre de 350 HV<sub>0,3</sub> sur toute l'épaisseur mesurée (supérieure à 25 mm) : l'AD820 est adouci.

Selon ces résultats :

- il n'y a pas d'écrouissage du rechargement Stellite,
- il y a trempe de la ZAT et adoucissement du substrat. L'épaisseur de rechargement de 4 mm n'est donc pas suffisante pour protéger thermiquement le substrat de base.

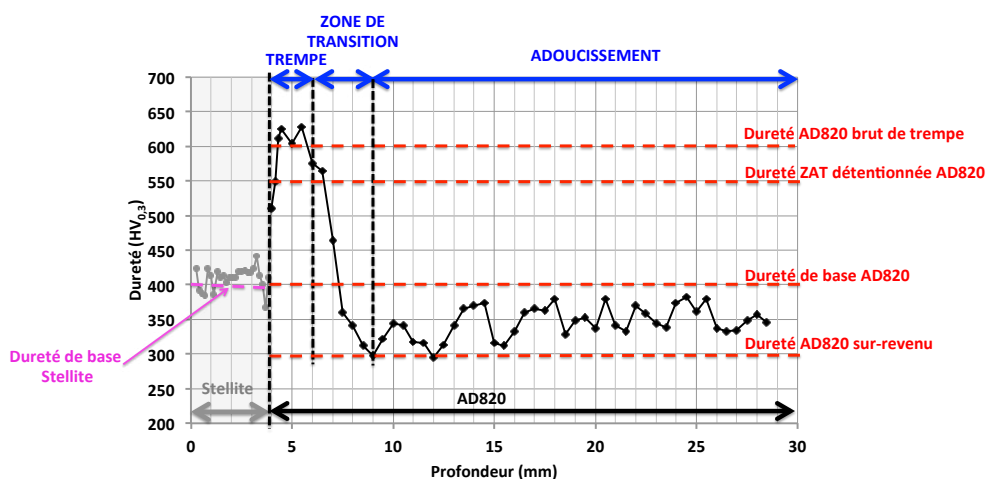


Figure 183 : Filiation de microdureté dans le rayon du poinçon en AD820 rechargé sur 3 mm en Stellite 21 par procédé MIG après cinq lopins poinçonnés.

### c. Poinçon en AD820 rechargé 6 mm en ST21-MIG après mise en forme de cinq lopins

Pour le poinçon rechargé d'une épaisseur visée de 6 mm (Figure 184), le Stellite présente une dureté stable de l'ordre de 400 HV<sub>0,3</sub> sur toute l'épaisseur du rechargement. Dans la partie « acier », on retrouve la dureté caractéristique d'une ZAT détensionnée (sur une épaisseur plus faible que dans une ZAT classique qui présente un palier à 500 HV<sub>0,3</sub> sur environ 4 mm). De même que pour les deux autres poinçons, l'acier de base est adouci sur toute l'épaisseur mesurée.

Selon ces résultats :

- il n'y a pas d'écrouissage du rechargement Stellite,
- il n'y a pas de trempe de la ZAT, la zone de température nécessaire pour retremper l'AD820 est donc située dans les 6 mm de rechargement. Cependant, l'adoucissement du substrat est conservé et l'épaisseur de rechargement de 6 mm n'est donc pas suffisante pour protéger thermiquement le substrat de base.

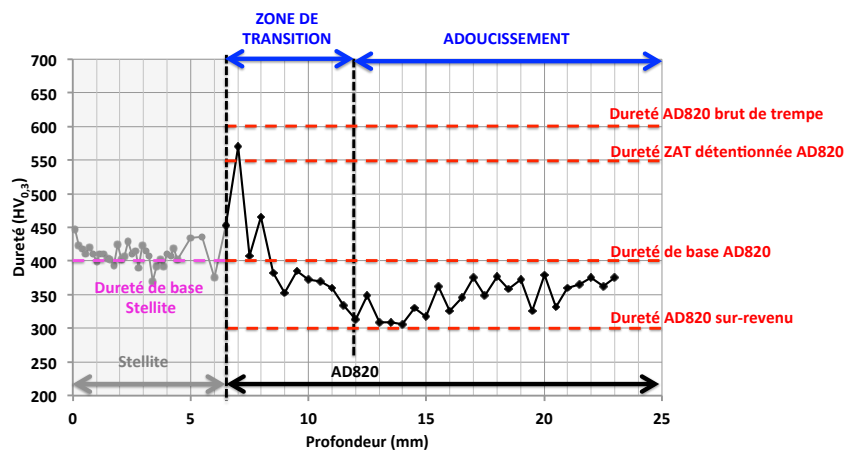


Figure 184 : Filiation de microdureté dans le rayon du poinçon en AD820 rechargé sur 6 mm en Stellite 21 par procédé MIG après cinq lopins poinçonnés.

#### 1. 4. Mesures de dureté en pied de poinçon

Afin de vérifier s'il y a eu effectivement un adoucissement généralisé des poinçons au cours des essais ou si la faible dureté du substrat de base est due à un problème de traitement thermique classiquement appliqué à ce matériau pour son application (matrice de forgeage), des mesures de dureté Vickers sous une charge de 30 kg ont été réalisées en pied du poinçon en AD820 non rechargé (Figure 185).

L'AD820, de par sa composition chimique, présente une bonne trempabilité qui lui confère une dureté homogène dans tout le volume considéré du poinçon. Le traitement thermique classique des matrices en AD820 conduit normalement à une dureté homogène de l'ordre de 400 HV.

Les résultats obtenus (Tableau 27) montrent un gradient de dureté entre la périphérie et le cœur du poinçon. En périphérie, la dureté est de 380 HV<sub>30</sub> ce qui est proche de la dureté attendue de l'AD820. Par contre, au cœur du pied du poinçon, la dureté diminue pour atteindre 336 HV<sub>30</sub> mettant en évidence un adoucissement. Ce dernier peut être dû à l'échauffement important au cours des essais de poinçonnage. En effet, comme indiqué sur la Figure 185, du fait de la géométrie du poinçon, le flux de chaleur a plutôt adouci le cœur du poinçon que la périphérie au niveau du pied. Ainsi, la faible dureté du poinçon dans sa masse n'est pas liée à un

problème de traitement thermique mais bien à l'augmentation de la température au cours du poinçonnage qui a entraîné un adoucissement.

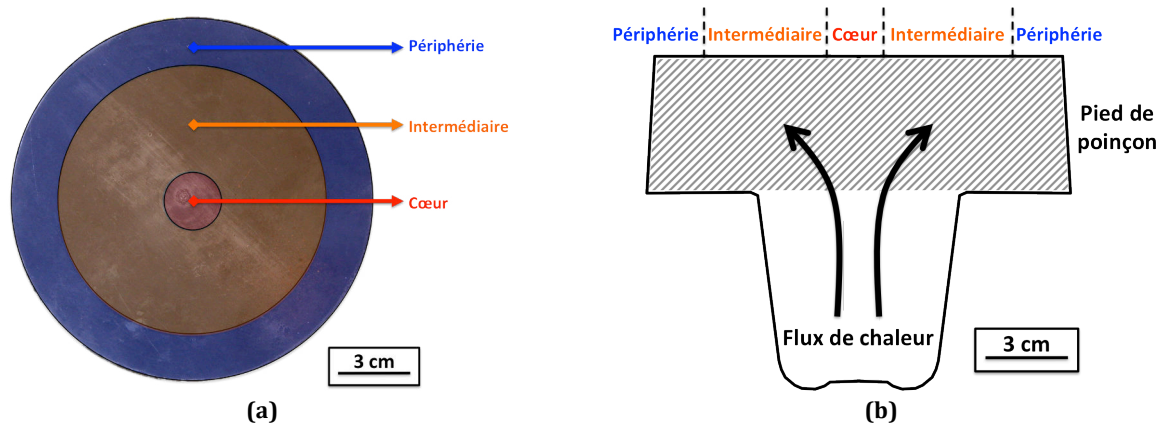


Figure 185 : Repérage des zones de mesures de dureté sur le pied du poinçon en AD820 nu : (a) vue de dessus du poinçon et (b) : schéma en coupe et flux de chaleur.

Zone	Dureté (HV <sub>30</sub> )
Périphérie	380 ± 13
Intermédiaire	357 ± 12
Cœur	336 ± 17

Tableau 27 : Mesures de dureté (30 kg) montrant un adoucissement du poinçon dans sa masse.

## 1. 5. Conclusion

Les endommagements observés dépendent de l'épaisseur du rechargement :

- Sans rechargement, on note :
  - o la trempe de l'acier dans le rayon,
  - o l'adoucissement de l'acier dans la masse,
  - o l'affaissement de tout le poinçon.
- Avec une épaisseur de rechargement visée de 3 mm, on note :
  - o la trempe de la ZAT dans le rayon,
  - o l'adoucissement de l'acier dans la masse,
  - o l'affaissement de tout le poinçon.
- Avec une épaisseur de rechargement visée de 6 mm, on note :
  - o l'absence de trempe de la ZAT dans le rayon,
  - o l'adoucissement de l'acier dans la masse,
  - o l'affaissement de tout le poinçon.

L'essai de poinçonnage sollicite davantage le matériau d'un point de vue thermique que d'un point de vue mécanique. Aucun durcissement ou écoulement plastique du rechargement Stellite n'a été observé, quelle que soit l'épaisseur visée. Il y a trempe de l'acier quand le poinçon est non rechargé et l'épaisseur du rechargement contribue à minimiser l'impact de la thermique.

L'essai de poinçonnage n'est donc pas totalement représentatif du matriçage industriel de pièces aéronautiques car il ne conduit pas à des endommagements similaires à ceux observés sur les matrices industrielles (déformation plastique, écrouissage). Cet essai favorise donc les sollicitations thermiques, essentiellement du fait de la faible massivité des poinçons, au détriment des sollicitations mécaniques.



Il montre que, pour protéger le substrat de base d'une augmentation de la température, il faut jouer sur l'épaisseur du rechargement, non pas de façon à limiter la diffusion de la chaleur mais de telle sorte que le niveau critique de température soit situé dans le rechargement et non dans le substrat. Le rechargement ne joue en effet pas le rôle de barrière thermique.

## **2. Essais de type mini-matrice**

Les essais sur mini-matrices ont été réalisés sur la presse 300 T d'Aubert & Duval et les zones qui seront caractérisées dans ces mini-matrices sont les rayons de fuite de bavure après forgeage de lopins en titane (préchauffés à 1020 °C) de 120 mm de haut. Les conditions d'essais sont données dans le chapitre 2-II.2 et les essais concernent :

- une mini-matrice en AD820 nue,
- une mini-matrice en AD820 rechargée en ST21-MIG sur toute l'épaisseur du rayon de fuite de bavure ( $\approx 14$  mm) avec chanfrein à 30°,
- une mini-matrice en AD820 rechargée en ST21-PTA sur une épaisseur de l'ordre de 5 mm avec gravure classique,
- une mini-matrice en AD820 rechargée en ST21-LASER sur une épaisseur de l'ordre de 7 mm avec chanfrein à 30°.

### **2. 1. Observations macroscopiques**

Les mini-matrices étant axisymétriques, elles sont coupées dans l'un des rayons, polies au grain 1200 et attaquées chimiquement. Les macrographies de la partie supérieure sont présentées en Figure 186. Les procédés de dépôt associés aux géométries des rechargements (chanfrein ou gravure classique) conduisent à des épaisseurs de ZAT différentes. Pour le nombre de lopins forgés (10 lopins), aucun écoulement plastique n'est observé à la surface des rayons de fuite de bavure, que ce soit pour la mini-matrice nue ou pour les mini-matrices rechargées. Comme précédemment, les filiations de microdureté confirmeront la prédominance de l'effet thermique (partie 2.2).

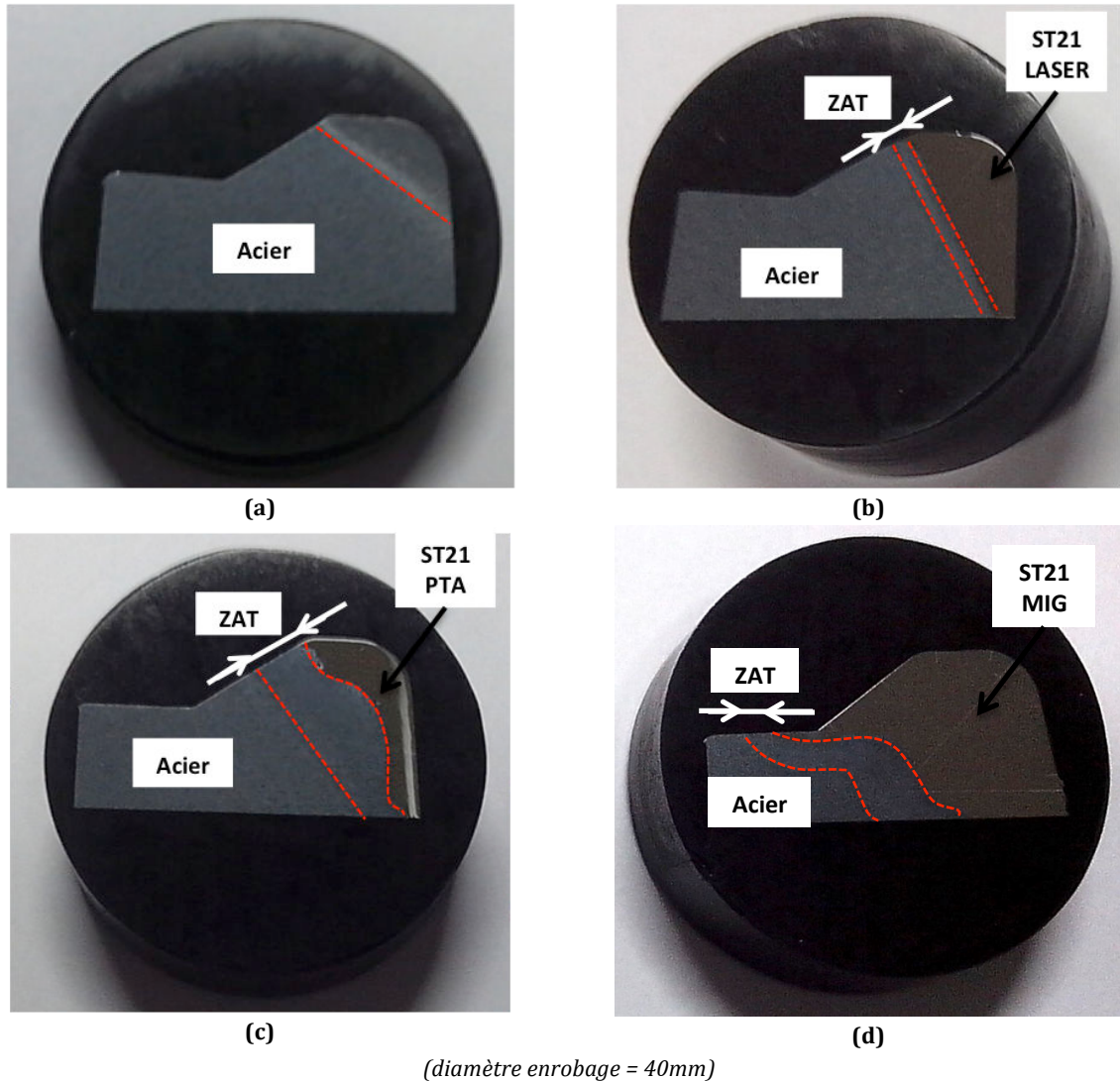


Figure 186 : Vues macrographiques en coupes dans la fuite de bavure des mini-matrices pour (a) acier nu, (b) rechargement ST21-LASER, (c) rechargement ST21-PTA et (d) rechargement ST21-MIG.

## 2. 2. Filiations de microdureté dans le rayon de fuite de bavure des mini-matrices

Des filiations de microdureté ont été réalisées dans le rayon de fuite de bavure (Figure 187) des mini-matrices, dans la direction perpendiculaire à la tangente au rayon.

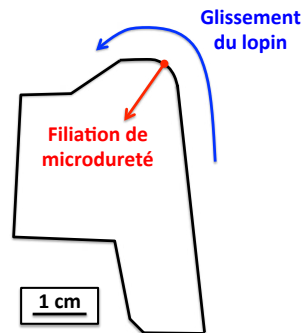


Figure 187 : Schéma du positionnement des filiations de microdureté dans le rayon des différentes mini-matrices étudiées.

### a. Mini-matrice en AD820 nue

La filiation de microdureté (Figure 188) met en évidence le durcissement important (jusqu'à des valeurs de l'ordre de 600 HV<sub>0,3</sub>) de l'AD820 sur environ 2 mm à la surface : l'AD820 a été trempé en extrême surface. La dureté décroît ensuite jusqu'à environ 300 HV<sub>0,3</sub> puis remonte jusqu'à des valeurs de l'ordre de 350 HV<sub>0,3</sub> sur toute l'épaisseur mesurée : l'AD820 est adouci dans sa masse.

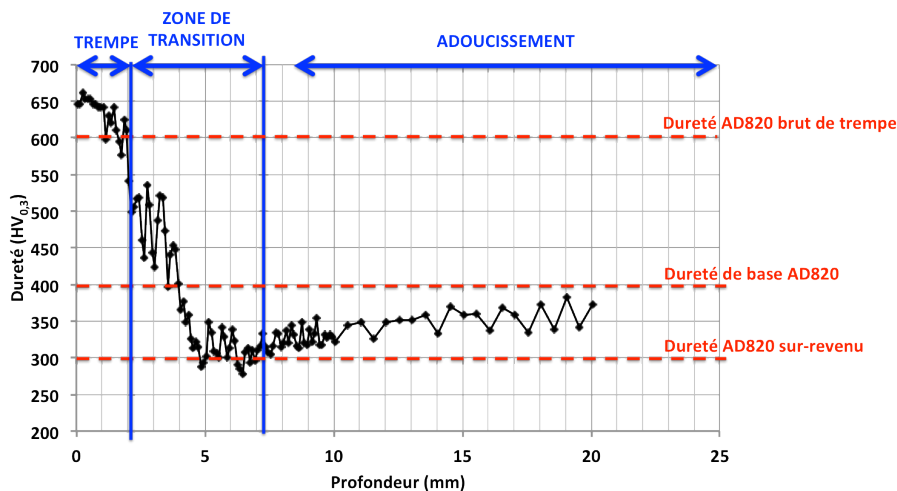


Figure 188 : Filiation de microdureté dans le rayon de la fuite de bavure de la mini-matrice en AD820 nue, après mise en forme de dix lopins de 120 mm de haut.

### b. Mini-matrices en AD820 rechargées

Quel que soit le rechargement et donc le procédé, plus le rechargement est épais, moins la ZAT est adoucie (Figure 189). Comme lors des essais de poinçonnage, l'adoucissement généralisé du substrat de base est observé. Enfin, on note un très léger écrouissage (au maximum 50 HV) de la surface des rechargements (mesures à 50 μm de la surface).

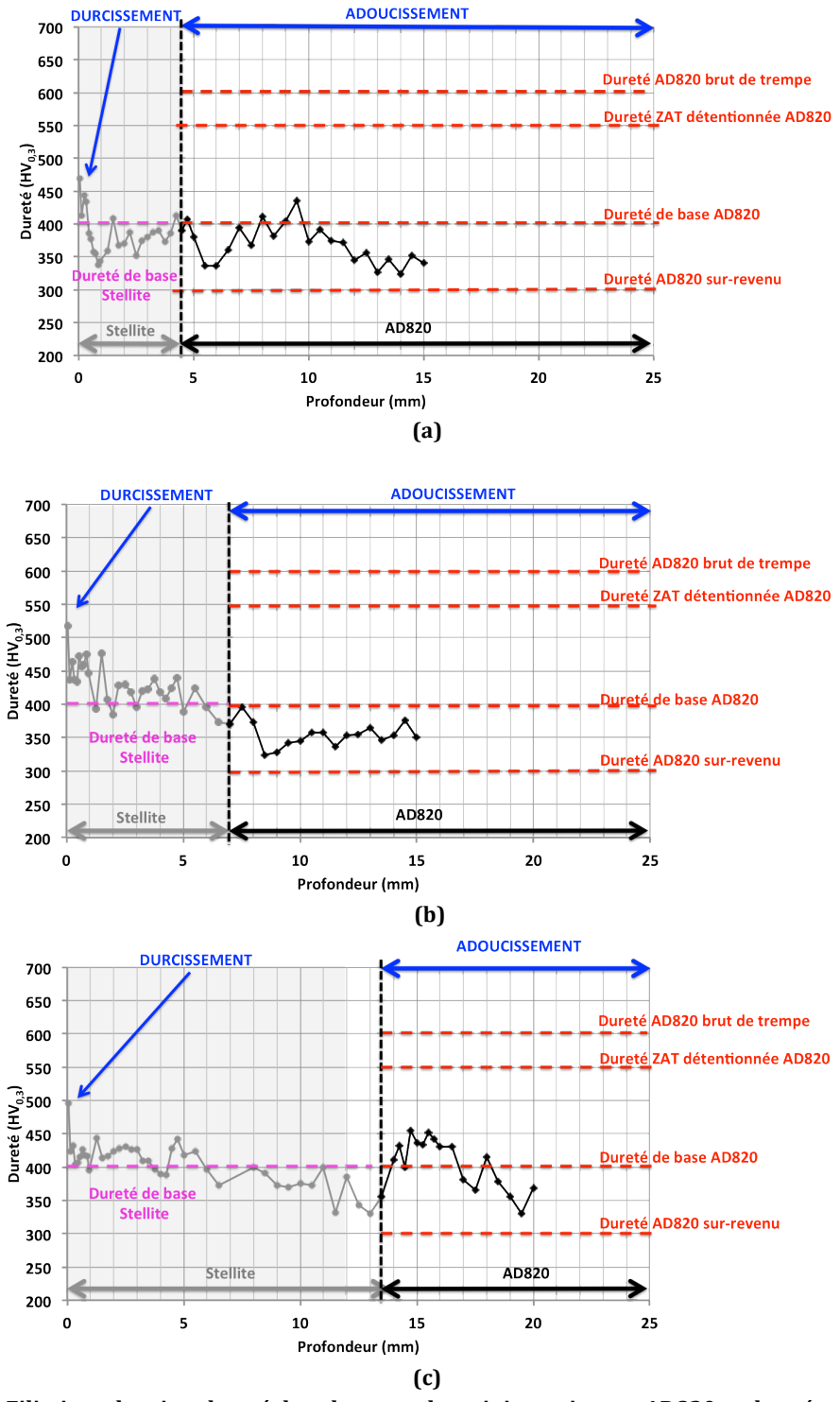


Figure 189 : Filiations de microdureté dans le rayon des mini-matrices en AD820 rechargées en Stellite 21 après mise en forme de dix lopins, (a) : procédé PTA, (b) : procédé LASER et (c) procédé MIG.

### 2. 3. Observations de surface

Pour toutes les mini-matrices, de l'usure par abrasion est visible en surface (micro-stries de déformation parallèles à la direction d'écoulement du lopin forgé). Cette micro-abrasion de surface n'induit pas d'écoulement plastique en sous-couche (Figure 190).



Figure 190 : Observation macroscopique en surface de la fuite de bavure sur la mini-matrice après mise en forme de dix lopins de hauteur 120 mm.

## 2. 4. Analyse de phases

Des analyses de phases par DRX, en configuration  $\theta-\theta$ , ont été réalisées en surface des mini-matrices rechargées après opérations de forgeage (mise en forme de 10 lopins). Ces analyses ont été réalisées dans la zone de fuite de bavure (Figure 191). Les résultats obtenus (Figure 192) montrent un début de transformation de phase CFC en HC pour les trois rechargements.

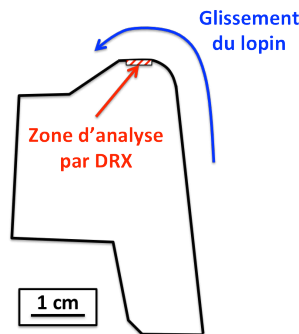


Figure 191 : Zone analysée par DRX sur les mini-matrices rechargées, après mise en forme de 10 lopins.

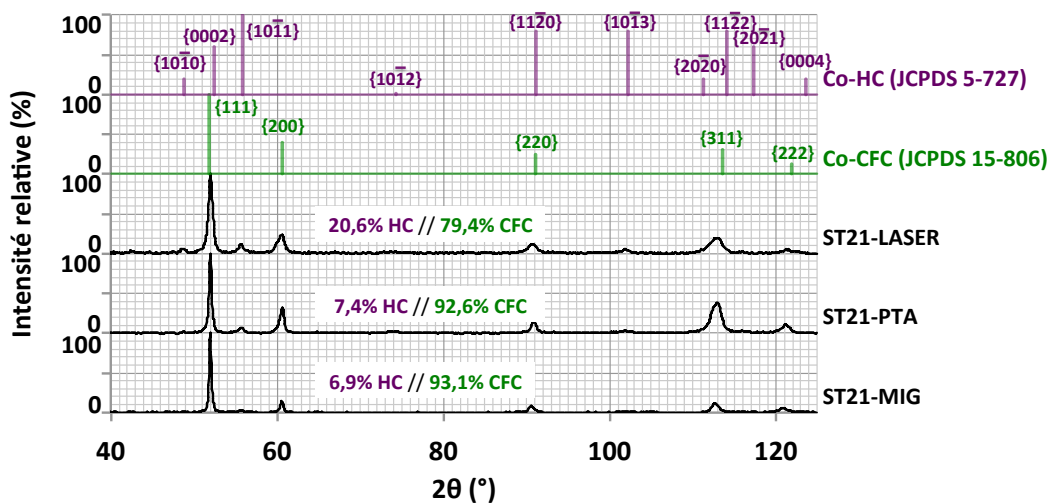


Figure 192 : Diffractogrammes mesurés par DRX en surface, au niveau des fuites de bavures, des mini-matrices rechargées en ST21 par procédés MIG, PTA et LASER.

## 2. 5. Évolution de la température au cours des opérations de matriçage

La mini-matrice en AD820 nue a été instrumentée par des thermocouples intrusifs, placés à différentes profondeurs sous la surface (Figure 193). Ainsi, la température a été mesurée dans la zone du rayon de fuite de bavure à 1 mm et 5 mm sous la surface et au niveau de la paroi à 1 mm, 5 mm et 15 mm de la surface.

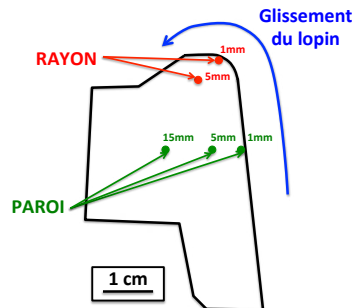


Figure 193 : Instrumentation thermique de la mini-matrice en AD820 nue : position des thermocouples.

Cette acquisition a permis de suivre le cycle thermique subi par les mini-matrices au cours d'une opération de forgeage (Figure 194). La première étape consiste au préchauffage de la mini-matrice (450 °C pour le premier lopin, puis aux environs de 500 °C pour les lopins suivants). Ensuite, le lopin en titane préchauffé à 1020 °C, est mis en contact avec la mini-matrice, cette opération n'induit qu'une très faible augmentation de la température de surface de celle-ci, de l'ordre de 15 °C. En revanche, au cours de l'étape suivante de mise en forme (« écrasage »), la température augmente rapidement et atteint des valeurs de l'ordre de 800 °C à 1 mm sous la surface du rayon et de 700 °C à 5 mm sous la surface. La durée d'« écrasage » est de l'ordre de 20 secondes, et une fois mis en forme, le lopin est éjecté. La mini-matrice est alors lubrifiée et refroidie à l'air libre (ambient « chaud »), jusqu'à ce que sa température de surface soit inférieure à 500 °C avant d'engager le cycle suivant.

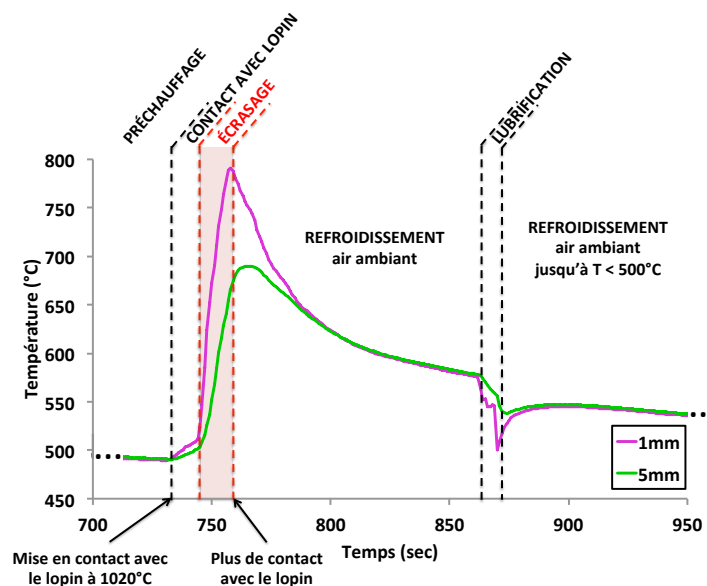
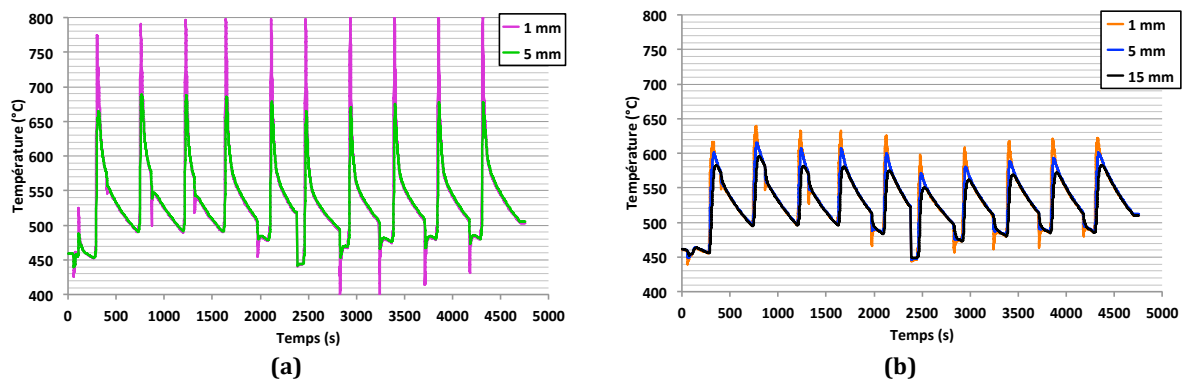


Figure 194 : Exemple d'un cycle thermique de forgeage à chaud pour les mini-matrices (instrumentation à 1 mm et 5 mm sous la surface du rayon).

Le suivi des cycles thermiques successifs pour les dix lopins mis en forme met en évidence une reproductibilité entre les différents cycles (Figure 195).

On peut noter que la température dans le rayon (Figure 195-a) atteint des valeurs maximales de l'ordre de 800 °C à 1 mm sous la surface de la mini-matrice et comprises entre 650 °C et 700 °C à 5 mm. Ces valeurs de températures corroborent donc les valeurs de dureté obtenues dans le rayon, associées à la trempe de l'acier. En effet, le niveau de température atteint dans le rayon est de l'ordre de la température d'austénitisation de l'AD820, qui est de 790 °C.

Au niveau de la paroi (Figure 195-b), les températures atteintes sont moindres, comprises au maximum entre 600 °C et 650 °C à 1 mm sous la surface. Cependant, à 15 mm sous la surface, la température augmente jusqu'à des valeurs proches de 600 °C pouvant ainsi conduire à l'adoucissement de l'AD820. Cet adoucissement a également été observé par les mesures de dureté.



**Figure 195 : Cycle thermique de forgeage à chaud pour les mini-matrices pour la mise en forme de dix lopins (10 cycles). Instrumentations à différentes profondeurs, (a) dans le rayon et (b) au niveau de la paroi externe.**

## 2. 6. Conclusion

L'expertise des mini-matrices conduit à des conclusions quasi-similaires à celle de l'expertise des poinçons. L'écoulement plastique en surface des mini-matrices n'est pas observé, mais un début d'érouissage et un début de changement de phase sont remarqués. Nous pouvons considérer que le matériau a été endommagé en surface par sollicitations mécaniques, même si celles-ci sont encore très faibles. Il y a adoucissement de l'acier dans la masse quelle que soit la mini-matrice, et pour les matrices non rechargées, il y a trempe de l'acier en surface. Les sollicitations thermiques conduisent à une élévation de température égale ou supérieure à la température d'austénitisation de l'acier. Cette conclusion est assujettie à l'hypothèse que la température d'austénitisation ne dépend pas de la pression de contact. La simulation numérique (Aubert et Duval) indique que des pressions moyennes sur les rayons de fuites de bavures n'excèdent pas 600 MPa, cela laisse supposer que la température d'austénitisation est proche de celle donnée par les diagrammes d'équilibres ( $Ac_1 = 650 \text{ °C}$  et  $Ac_3 = 790 \text{ °C}$ ).

*Les essais sur presse 300 T, poinçonnage et mini-matrices, privilégient l'aspect thermique des sollicitations de forgeage au détriment de l'aspect mécanique. En effet, il y a trempe de la surface d'écoulement de matière dans le rayon quand le poinçon ou la mini-matrice ne sont pas rechargés et adoucissement du substrat de base. Pour les outils rechargés, l'affectation thermique de la ZAT est d'autant plus faible que l'épaisseur de rechargement est importante. Globalement, sur*



les essais sur presse semi-industrielle, on privilégie l'endommagement des surfaces principalement par sollicitations thermiques et nous verrons dans la suite, avec les essais tribologiques sur tribomètre laboratoire, que les endommagements de surface sont essentiellement consécutifs à des sollicitations mécaniques.

## II. Comportement sur tribomètre de laboratoire

Avant d'aborder les résultats tribologiques à proprement parler (évolutions du coefficient de frottement, volumes d'usure, niveaux d'érouissage, évolutions microstructurales, orientations cristallographiques), nous présenterons l'état initial des différents rechargements étudiés sur le tribomètre, à savoir :

- Stellite 21 déposé par procédé MIG (ST21-MIG),
- Stellite 21 déposé par procédé PTA (ST21-PTA),
- Stellite 21 déposé par procédé LASER (ST21-LASER),
- Stellite 6 déposé par procédé PTA (ST6-PTA),
- Stellite 6 déposé par procédé LASER (ST6-LASER).

Notons que, lors de nos caractérisations, nous nous intéresserons exclusivement aux anneaux (échantillons rechargés), nous ne caractériserons pas les disques en Inconel. De plus, les matrices industrielles ne présentant pas de couche dite « glacée » (débris oxydés compactés en surface), cette couche n'a pas fait l'objet de nos investigations et ce travail se concentre ainsi sur la déformation plastique et les endommagements des rechargements jusqu'à l'émission de particules d'usure.

### 1. État initial des rechargements

#### 1. 1. Énergie de soudage pour la mise en œuvre des rechargements

Les paramètres de soudage utilisés pour réaliser le rechargement des échantillons tribologiques (anneaux) conduisent à une énergie linéaire de soudage  $E_1$  (Équation 17) maximale pour le procédé MIG (578 J/mm), légèrement inférieure pour le procédé PTA (504 J/mm) et minimale pour le procédé LASER (200 J/mm) (Tableau 28). Pour tenir compte du débit du matériau d'apport, une « énergie »  $E_2$  en J.s/(mm.g) (Équation 17) a été définie et calculée pour comparer les différents rechargements (Tableau 28).

$E_1 = \frac{P}{V}$	$E_2 = \frac{P}{V \times d}$	$E_1$ : énergie linéaire de soudage (J/mm) $E_2$ : énergie de soudage par unité de vitesse d'avancée de la torche et de masse de matériau déposé (J.s/(mm.g)) $P$ : puissance fournie (W) $V$ : vitesse d'avancée de la torche (mm/s) $d$ : débit de matière (fil ou poudre) (g/s)
(a)	(b)	

**Équation 17 : Énergies liées au rechargement par soudage : (a) énergie linéaire de soudage et (b) énergie de soudage par unité de vitesse d'avancée de la torche et de masse de matériau déposé. Notons que le rendement thermique lié aux procédés n'est pas pris en compte dans ces calculs, il est considéré égal à 1.**

	<b>P (W)</b>	<b>V (mm/s)</b>	<b>d (g/s)</b>	<b>E<sub>1</sub> (J/mm)</b>	<b>E<sub>2</sub> (J.s/(mm.g))</b>
<b>MIG</b>	5200	9	1,56	578	371
<b>PTA</b>	4030	8	0,42	504	1200
<b>LASER</b>	4000	20	0,58	200	345

**Tableau 28 : Paramètres et énergies de soudage utilisés pour réaliser les rechargements de l'étude selon les différents procédés (MIG, PTA et LASER).**

L'épaisseur visée pour les rechargements était fixée à 3 mm (épaisseur préconisée pour les rechargements de matrices industrielles). Pour les anneaux tribologiques, les rechargements MIG sont monocouches (0,5 mm à 2 mm d'épaisseur) et bicouches ( $\approx$  4 mm), les rechargements PTA sont bicouches ( $\approx$  5 mm d'épaisseur pour le Stellite 21 et  $\approx$  3,5 mm pour le Stellite 6) et les rechargements LASER sont déposés en multicouches ( $\approx$  3,9 mm pour le Stellite 21 et  $\approx$  2,8 mm pour le Stellite 6). Les variations d'épaisseur des rechargements sont attribuables à la difficulté technique des procédés et à l'usinage des anneaux tribologiques à partir des plaques en AD820 rechargées. En revanche, pour le procédé MIG, les rechargements ont été volontairement déposés en monocouches (faible épaisseur) au début des travaux de thèse car nous souhaitons pouvoir solliciter le substrat. Il s'avère que les premiers essais tribologiques sur les rechargements MIG qui sont les rechargements de référence, ont montré que, malgré une faible épaisseur, le substrat n'était pas sollicité mécaniquement, nous sommes donc restés sur des épaisseurs classiques pour l'étude des rechargements suivants (ST21-MIG bicouche).

## 1. 2. Composition chimique

La composition chimique a été déterminée par mesures EDS dans la couche externe des rechargements (fenêtre d'analyse de 120  $\mu$ m x 25  $\mu$ m). Ces mesures sont comparées aux compositions chimiques des matériaux d'apport dans le Tableau 29 (fil pour rechargement MIG et poudre pour rechargements PTA et LASER) afin de regarder l'influence de la dilution sur la teneur élémentaire des rechargements.

Ces analyses EDS mettent en évidence des modifications plus ou moins importantes. L'élément le plus impacté est le fer du fait du rechargement sur un substrat acier. Selon la littérature, la teneur en fer est directement liée au taux de dilution, et donc à l'énergie linéaire de soudage et au nombre de couches déposées [IORD06].

	Co	Cr	Mo	W	Ni	Mn	Fe	Si	C
<b>STELLITE 21</b>	<b>STELLITE 21</b>								
<b>MATÉRIAU D'APPORT FIL</b>	58,5	28,0	5,0	-	2,4	1,0	3,5	1,3	0,3
ST21-MIG_MONOCOUCHE	36,5	19,0	2,9	-	3,0	1,2	36,5	0,9	
ST21-MIG_BICOUCHE	37,8	23,3	3,9		3,8	1,2	17,8	0,8	
<b>MATÉRIAU D'APPORT POUVRE</b>	63,5	26,6	5,5	0,1	2,4	0,6	0,1	0,9	0,3
ST21-PTA	61,1	25,0	4,4	-	3,1	0,4	5,4	0,6	
ST21-LASER	64,1	26,6	4,6	-	2,5	0,8	0,5	0,9	
<b>STELLITE 6</b>	<b>STELLITE 6</b>								
<b>MATÉRIAU D'APPORT POUVRE</b>	63,3	28,8	-	4,3	0,7	-	0,6	1,1	1,2
ST6-PTA	56,0	24,2	0,3	3,9	1,2	0,6	13,4	0,8	
ST6-LASER	64,7	28,0	0,7	4,1	1,2	0,5	0,8	0,8	

**Tableau 29 : Composition chimique (%mass) des matériaux d'apport pour les rechargements et composition chimique moyenne après rechargement, dans la couche sollicitée en frottement.**

La teneur moyenne en fer dans la couche externe des rechargements (Figure 196) est supérieure à 30 %mass pour le rechargement ST21-MIG monocouche, alors qu'elle n'est que de 3,5 %mass dans le fil d'apport. Cette augmentation importante est attribuable à une forte énergie linéaire de soudage (donc un taux de dilution important) couplée avec un rechargement monocouche. Dans le rechargement ST21-MIG bicouche, la teneur en fer est de 18 %mass. Notons que cette valeur est encore supérieure à celle du fil d'apport (3,5 %mass). Cette augmentation est également attribuable à une forte énergie linéaire de soudage mais est atténuée par rapport au rechargement monocouche du fait que l'on est sur la deuxième couche. En effet, le dépôt de la deuxième couche se fait sur une première couche contenant moins de fer que le substrat (AD820), conduisant ainsi à une moindre teneur en fer en surface.

Pour le procédé PTA, les rechargements ST21 et ST6 ont une teneur en fer respectivement de 5 %mass et de 13 %mass. Notons que ces deux valeurs sont supérieures au pourcentage massique dans la poudre d'apport (< 1 %mass). Cette augmentation est également attribuable à une forte énergie linéaire de soudage mais, comme pour le rechargement ST21-MIG bicouche, cette valeur est atténuée du fait que l'on soit sur la deuxième couche d'un rechargement bicouche.

Enfin pour le procédé LASER, la teneur en fer dans la couche externe des rechargements ST21 et ST6 est inférieure à 1 %mass. Leur composition chimique est ainsi sensiblement identique à la composition chimique de la poudre d'apport. Ce résultat peut s'expliquer par le fait que l'énergie linéaire de soudage est plus faible que pour les deux autres procédés et que le rechargement est déposé en multicouches.

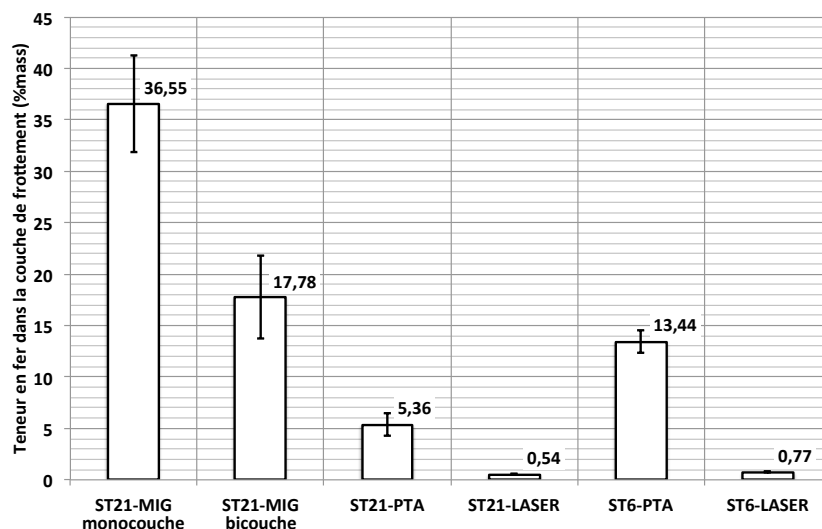


Figure 196 : Teneur moyenne en fer (%mass) dans la couche externe des rechargements de l'étude.

D'après ces analyses de composition chimique, on voit bien que, selon le type de procédé et le nombre de couches déposées, le pourcentage de fer dans la couche externe varie.

### 1. 3. Microstructure

Selon le procédé de soudage, et plus précisément l'énergie linéaire de soudage mise en jeu, les microstructures des rechargements sont différentes. L'observation de ces microstructures est faite par des micrographies réalisées en coupe perpendiculaires à l'interface substrat/rechargement, et la direction de coupe est aléatoire vis à vis de la direction de rechargement.

Pour les trois procédés (MIG, PTA et LASER), la microstructure dendritique, présente une texture morphologique marquée et se caractérise par des grains colonnaires (allongés) sensiblement perpendiculaires à l'interface substrat/rechargement (Figure 197-a). Cette texture morphologique classique des rechargements soudés est le résultat du gradient thermique de solidification inhérent au procédé de soudage en général [LES086].

A plus fort grandissement (Figure 197-b), on observe la matrice dendritique et les espaces interdendritiques contenant les carbures. Des analyses par EDS ont montré que ces carbures sont essentiellement constitués de chrome (et de molybdène ou tungstène, respectivement pour le Stellite 21 ou pour le Stellite 6). Pour les rechargements Stellite 21 (Figure 198-a), la fraction volumique en carbures est nettement inférieure à celle des rechargements Stellite 6 (Figure 198-b). Ceci est lié à leur teneur en carbone, respectivement de 0,27 %mass et de 1,2 %mass. Aussi, pour les rechargements Stellite 6, les espaces interdendritiques sont essentiellement constitués de carbures (Figure 198-b). Pour les rechargements Stellite 21, cet espace interdendritique contient également les carbures (Figure 198-a), mais ces derniers n'occupent pas tout l'espace et la composition chimique de l'interdendritique est proche de celle de la matrice (on note simplement une légère augmentation de la teneur en éléments d'alliages, repoussés en surface des dendrites au cours de la solidification).

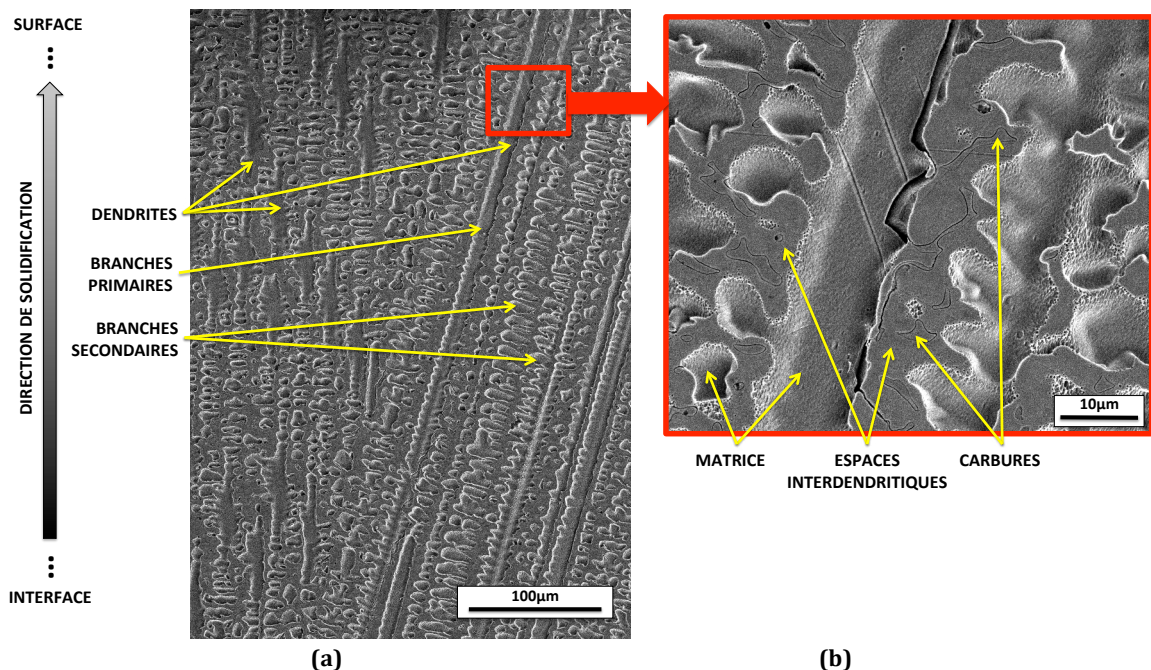


Figure 197 : Description de la microstructure caractéristique des rechargements Stellites, exemple d'un rechargement ST21-MIG.



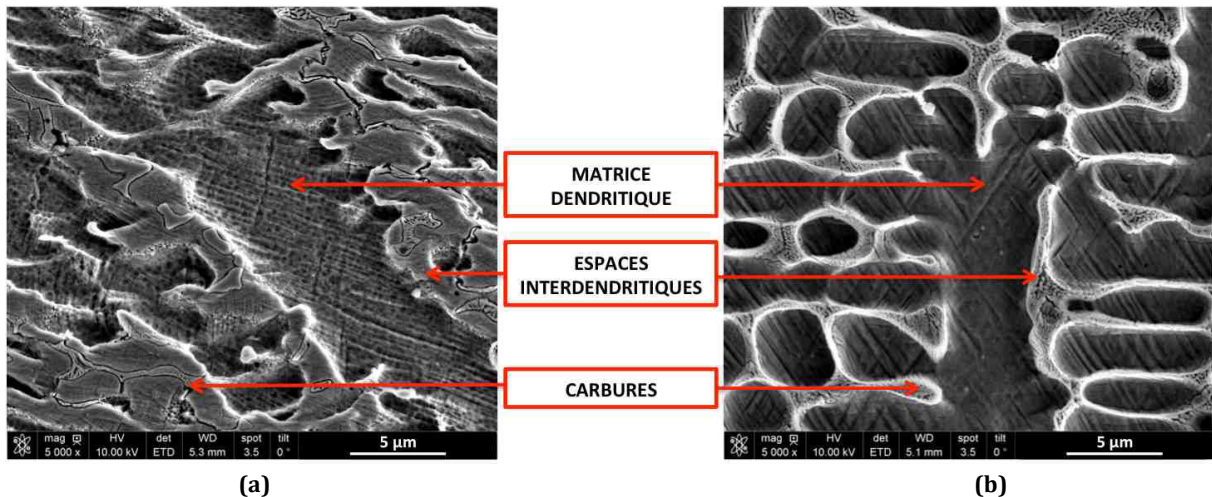


Figure 198 : Observation MEB de la fraction volumique en carbure dans (a) ST21-LASER et (b) ST6-LASER.

La comparaison des microstructures obtenues pour les rechargements Stellite 21 déposés par procédés MIG, PTA et LASER (Figure 199) met en évidence des différences de tailles caractéristiques des largeurs des branches primaires des dendrites. La largeur des branches primaires des dendrites augmente dans le sens « LASER ( $\approx 6 \mu\text{m}$ ) » < « MIG ( $\approx 13 \mu\text{m}$ ) » < « PTA ( $\approx 20 \mu\text{m}$ ) ». Cette observation peut être reliée à la vitesse de soudage ( $V$ , Tableau 28) : plus la vitesse de soudage augmente, plus la microstructure est fine (solidification plus rapide).

Les mêmes observations sont faites dans le cas des rechargements Stellite 6 obtenus par procédés PTA et LASER (Figure 200). En effet, le rechargement ST6-LASER ( $\approx 5 \mu\text{m}$ ) présente une microstructure plus fine que le rechargement ST6-PTA ( $\approx 20 \mu\text{m}$ ).

Ainsi, selon le procédé, des différences de taille de microstructure sont notables : pour les rechargements déposés par procédés MIG et PTA, on parlera de microstructure grossière alors que pour ceux déposés par procédé LASER on parlera de microstructure fine.

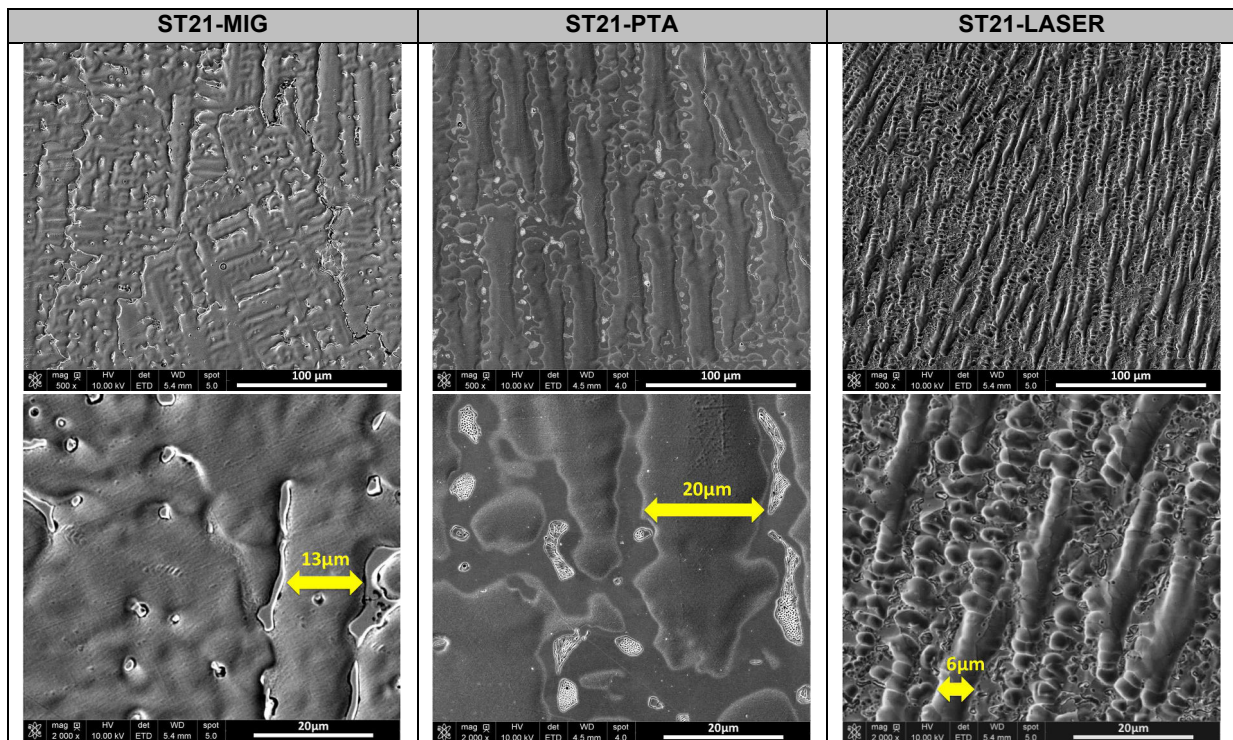


Figure 199 : Microstructure des rechargements Stellite 21 obtenus par procédés MIG, PTA et LASER.

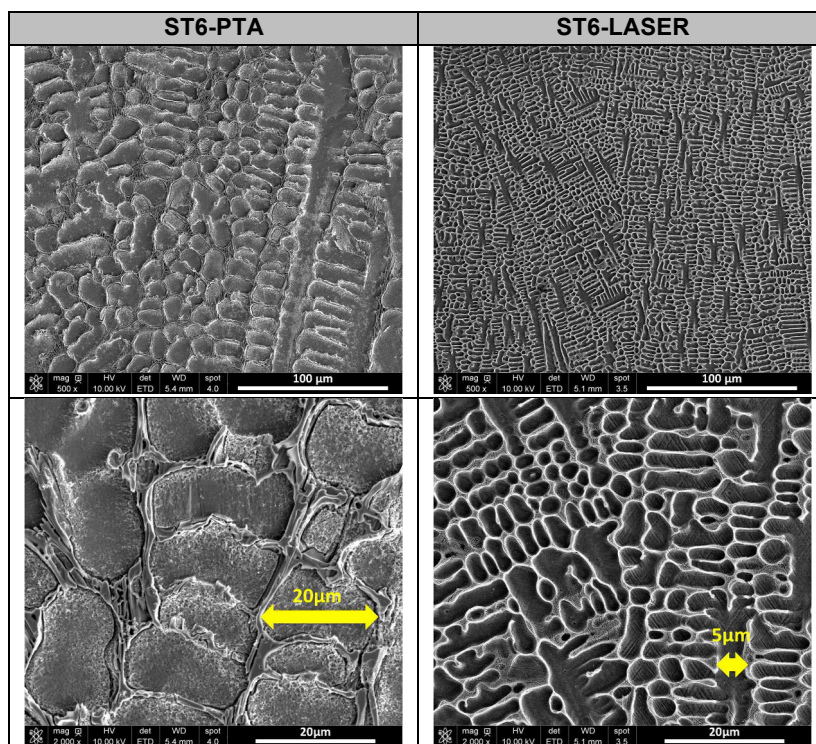


Figure 200 : Microstructure des rechargements Stellite 6 obtenus par procédés PTA et LASER.

#### 1. 4. Dureté

Les mesures de dureté mettent en évidence des différences entre les rechargements de l'étude (Figure 201). Ces différences sont attribuées à un effet de la **nature** du **matériau** d'apport couplé à un effet du **procédé**.

L'effet de la **nature** du **matériau** d'apport (ST21 ou ST6) conduit à des modifications de la composition chimique et notamment de la teneur en carbone qui impacte directement la fraction volumique en carbures, et donc le niveau de dureté (la dureté augmente avec la teneur en carbone). Ainsi, pour un même procédé, un Stellite 21 (0,27 %mass de C) a une dureté inférieure à un Stellite 6 (1,2 %mass de C) comme observé sur la Figure 201.

Le **procédé**, comme discuté dans le paragraphe précédent, induit des tailles de microstructures différentes impactant la dureté : plus la microstructure est fine, plus on s'attend à avoir une dureté élevée. Pour une même nature de matériau d'apport, on note bien que c'est le procédé LASER (microstructure fine) qui conduit à la dureté la plus élevée. Cependant, alors que la microstructure du MIG est plus fine que celle du PTA, cette dernière conduit à une dureté supérieure. Ce résultat peut être expliqué par le fait que le procédé induit également une dilution et donc une modification de la composition chimique du matériau d'apport et notamment de la teneur en fer. En effet, pour les rechargements Stellite 21, la surface des rechargements obtenus par procédé PTA présente une teneur en fer plus faible (5 %mass) que celle obtenue avec le procédé MIG (37 %mass monocouche et 18 %mass bicouche), comme indiqué sur la Figure 196. Le pourcentage en fer diminue la dureté : plus la teneur en fer augmente, plus la teneur en éléments carburigènes (Cr, Mo, W) diminue. Ces derniers jouant à la fois sur le durcissement structural et par solution solide, la diminution de leur teneur (en lien

avec la teneur en fer) conduit à une dureté plus faible. Ceci est confirmé sur les rechargements du ST21 – MIG : pour un procédé et une taille de microstructure identiques, on observe une dureté plus faible pour le monocouche (37 %mass-Fe) que pour le bicouche (18 %mass-Fe).

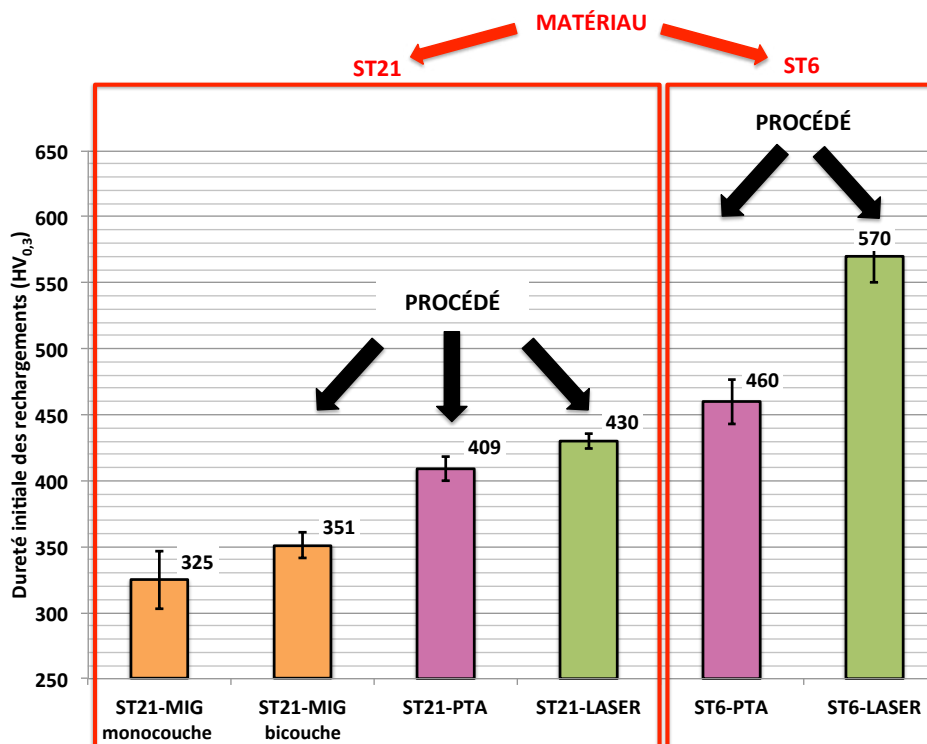


Figure 201 : Dureté initiale moyenne (HV<sub>0,3</sub>) dans la couche externe des rechargements de l'étude.

## 1. 5. Structure cristallographique et orientation préférentielle

### a. Analyse de phases

Les diffractogrammes présentés en Figure 202, réalisés en configuration classique (Chapitre 2-III-3.1-a), pour les trois procédés de rechargements, dans le cas du Stellite 21, montrent que la structure des rechargements bruts de soudage est CFC indépendamment du procédé (MIG, PTA ou LASER). Selon le diagramme d'équilibre binaire Co-Cr (Chap1-Figure 17), pour une teneur en chrome de l'ordre de 30 %mass (cas des Stellites), la structure stable à la température ambiante est cependant HC. L'obtention de la structure CFC « métastable » à la température ambiante est attribuée à la solidification hors équilibre liée à la vitesse de solidification rapide intrinsèque au soudage [DAVI00]. Ce résultat a également été observé par plusieurs auteurs dans la littérature [ATAM89, PERS03, IORD06].

De plus, des modifications d'intensités relatives entre les pics de diffraction obtenus sur les rechargements et celles des fiches de référence JCPDS (correspondant à l'analyse de poudres, orientation aléatoire des grains) sont observées. Ces modifications peuvent mettre en évidence une orientation préférentielle des rechargements bruts de soudage. Pour les rechargements MIG et LASER, les plans {200}-CFC sont préférentiellement orientés parallèlement à la surface. Pour les rechargements PTA, ce sont les plans {311}-CFC et {200}-CFC. Ces orientations préférentielles pressenties ont été confirmées par des mesures de figures de pôles, qui font l'objet du paragraphe suivant.



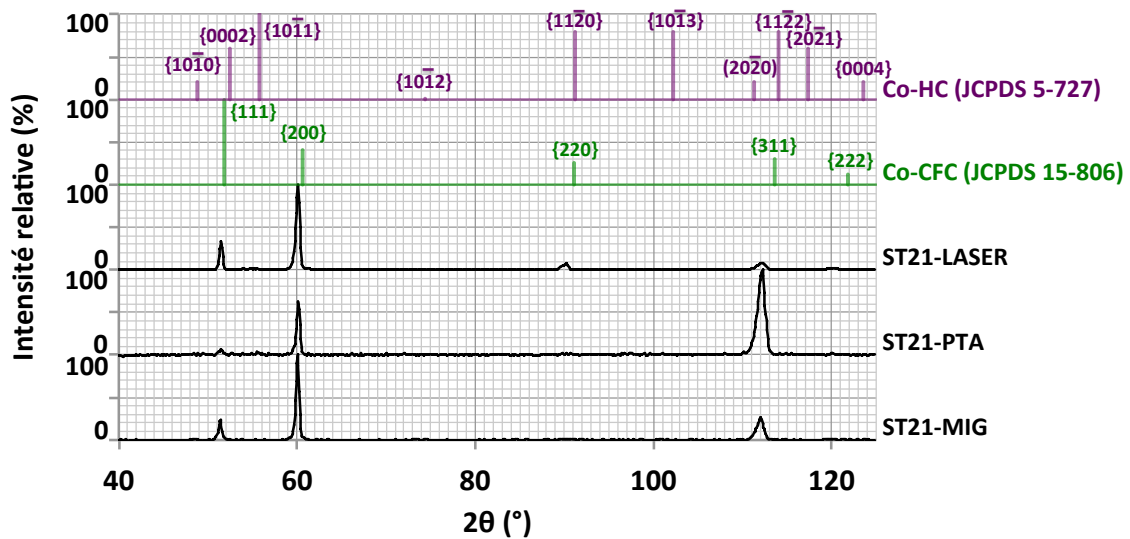


Figure 202 : Structure cristallographique des rechargements Stellite 21 déposés par procédé MIG, PTA et LASER et comparaison avec les fiches JCPDS de référence du cobalt pur.

## b. Orientation préférentielle

### • Analyses par DRX

Afin de confirmer l'orientation préférentielle initiale des rechargements par rapport à la surface de frottement, des mesures de figure de pôles ont été réalisées pour chacun des procédés, dans le cas des Stellites 21 (Figure 203). Pour les trois procédés, les résultats des analyses par DRX montrent une orientation préférentielle des plans {200} qui sont quasiment parallèles à la surface de frottement. Cette orientation préférentielle, également observée par Persson [PERS05], est reliée à la direction naturelle de croissance des dendrites dirigée par le flux d'extraction de la chaleur au cours de la solidification, perpendiculairement à la surface du substrat, suivant la direction  $\langle 001 \rangle$  (direction qui correspond à la vitesse de croissance la plus rapide). Les intensités normalisées des pôles montrent que cette orientation préférentielle est plus marquée pour les rechargements obtenus par procédés LASER ( $\approx 14$ ) et MIG ( $\approx 11$ ) que pour les rechargements PTA ( $\approx 3$ ). Ce résultat peut être lié au fait que, dans le cas du procédé PTA, le soudage est réalisé avec des oscillations alors que pour les procédés MIG et LASER le soudage est linéaire. Ainsi, l'homogénéité des bains de fusion est plus ou moins importante selon le procédé de dépôt. Ceci se confirme par la dispersion en  $\psi$  des plans {200} qui est en particulier très faible pour le LASER indiquant que les grains présentent la texture {200} la plus marquée. Ceci peut également être lié à la vitesse de solidification, cette dernière étant la plus rapide pour le procédé LASER.

Quel que soit le procédé, on note une légère inclinaison, de l'ordre de  $10^\circ$  des plans {200} par rapport à la surface. Cette inclinaison pourrait s'expliquer par l'inclinaison de la torche et donc du flux thermique, mais aussi par l'avancée de la torche conduisant à un bain de fusion et des isothermes de solidification qui favorisent la croissance des grains « parallèlement » au sens de soudage. Ce type d'inclinaison a également été observé par Chassignole dans le cas de soudures de tuyauteries en acier inoxydable austénitique réalisées à l'électrode enrobée [CHAS00].

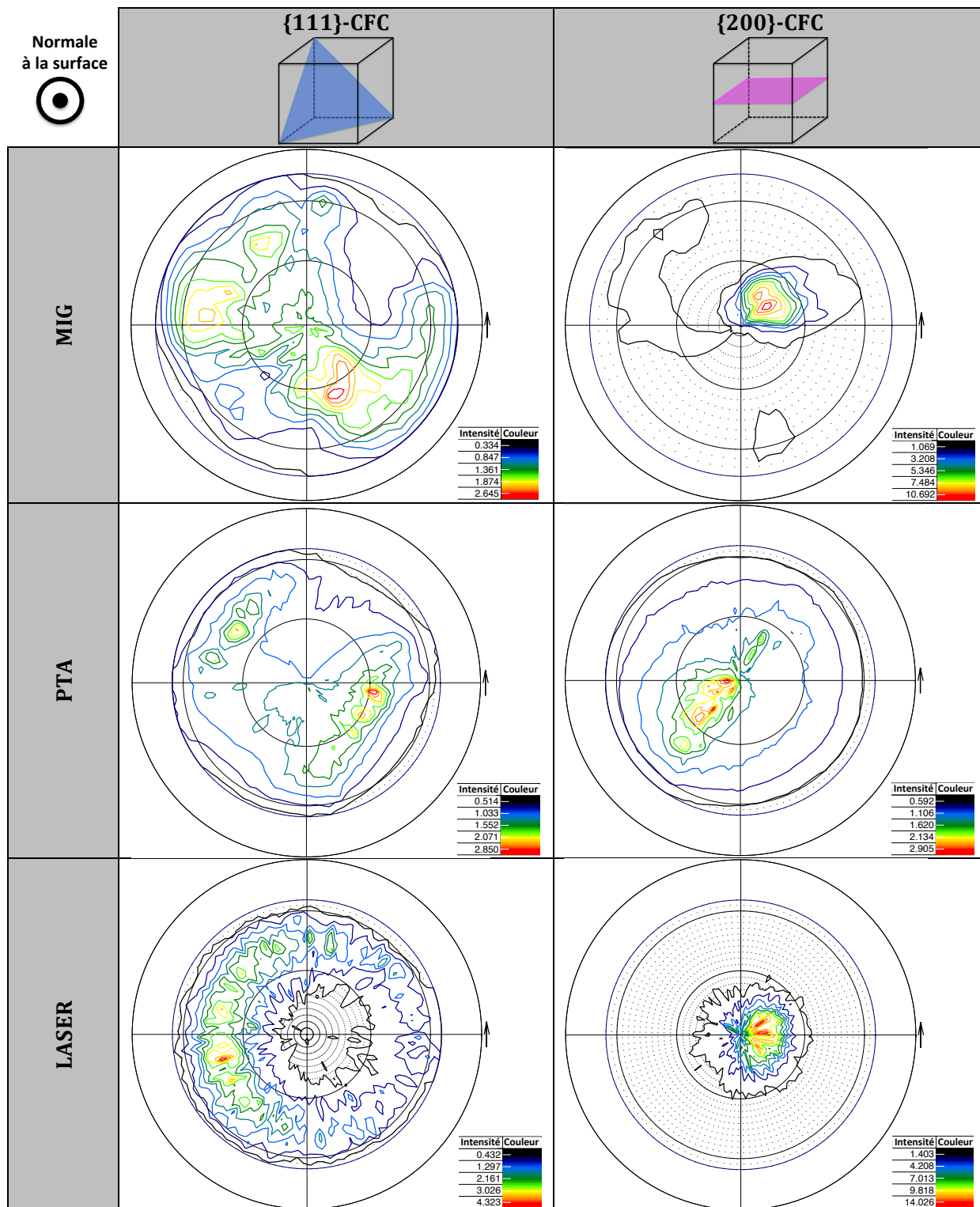


Figure 203 : Figure de pôles des plans {111}-CFC et {200}-CFC pour les rechargements Stellite 21 déposés par procédés MIG, PTA et LASER (en intensités normalisées).

- **Mesures EBSD**

Nous avons complété les mesures de figure de pôles avec des cartographies d'orientations EBSD en coupe perpendiculairement à l'interface substrat/rechargement, pour le rechargement ST21-LASER. Ces cartographies représentent l'orientation des axes cristallographiques par rapport à un axe donné, par un code de couleur dit IPF (Inverse Pole Figure) utilisant les couleurs RVB (Rouge, Vert et Bleu). Ainsi, les orientations des grains selon les axes Y, X et Z de l'échantillon font respectivement l'objet des Figure 204, Figure 205 et Figure 206.

D'un point de vue microstructural, la présence de plusieurs couches de rechargement est observée. Dans chaque couche, des grains colonnaires, jusqu'à 1 mm de long et de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$  de large, sont présents et certains de ces grains se développent sur plusieurs couches. Ces régions colonnaires sont alternées avec des zones de grains de plus petites tailles dans les zones de chevauchement entre les différentes couches.

D'un point de vue orientation cristallographique, ces cartographies mettent en évidence une orientation préférentielle des grains colonnaires, avec les plans  $\{200\}$ -CFC majoritairement parallèles à la surface (Figure 204 : orientation des axes cristallographiques par rapport à l'axe Y). En revanche, les grains colonnaires sont aléatoirement orientés selon les axes X (Figure 205) et Z (Figure 206). De plus, les grains de plus petites tailles présents entre chaque couche de rechargement ont des orientations cristallographiques aléatoires, ils sont équiaxes.

Ces mesures EBSD confirment donc les mesures de texture réalisées par DRX (quelques dizaines de micromètres analysés) et les complètent sur une épaisseur de rechargement analysée plus conséquente en mettant en évidence la présence de grains équiaxes entre chaque couche de rechargement.

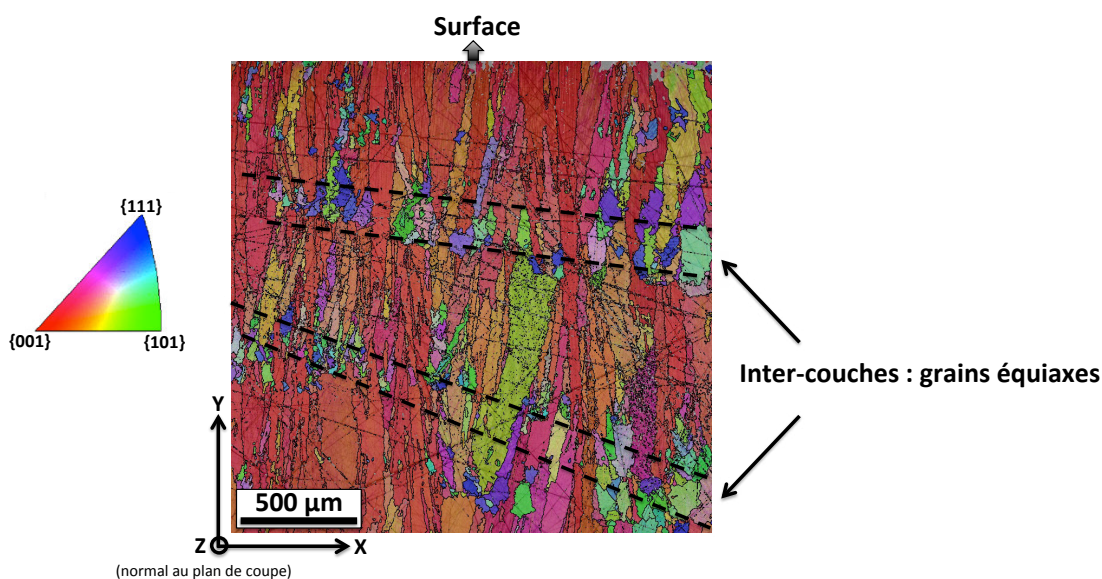


Figure 204 : Cartographie codée en IPF-Y.

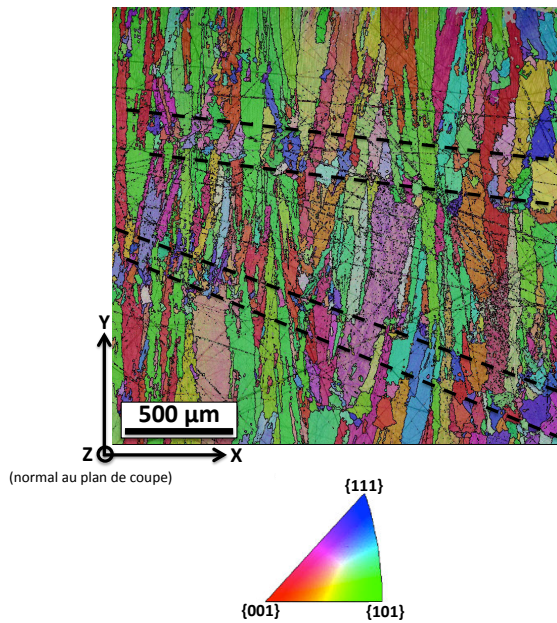


Figure 205 : Cartographie codée en IPF-X.

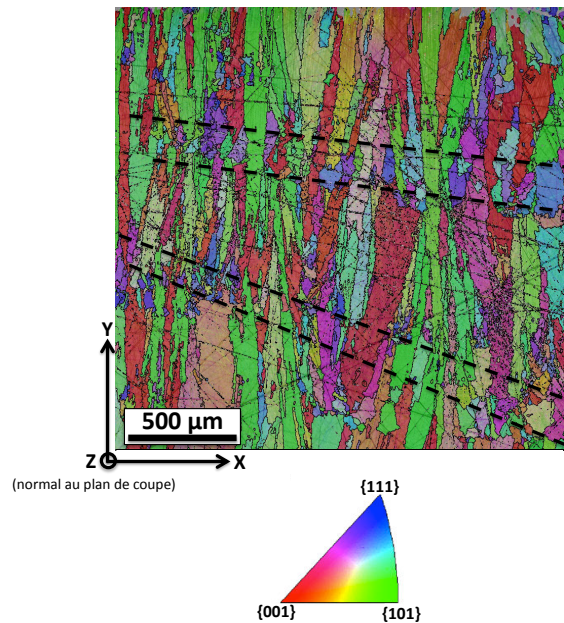


Figure 206 : Cartographie codée en IPF- Z.

## 1. 6. Conclusion

Les caractérisations réalisées sur les rechargements, dans leur état brut de soudage, ont mis en évidence des différences notables.

Les **compositions chimiques** des rechargements ont montré une dépendance importante avec le procédé (énergie de soudage) et le nombre de couches déposées. Le principal élément impacté est le fer, qui varie de 0,5 %mass dans les rechargements LASER à 37 %mass dans le rechargement ST21-MIG monocouche.

Sur le plan microstructural, l'ensemble des rechargements présente une **microstructure dendritique**, avec des grains colonnaires constitués d'une matrice (dendrite) et d'espaces interdendritiques contenant des carbures. La **densité de carbures** est principalement reliée à la **teneur en carbone** des Stellites et une augmentation de 0,27 %mass dans les Stellites 21 à 1,2 %mass dans les Stellites 6 conduit à des espaces interdendritiques « totalement » constitués de carbures dans le dernier cas. Quel que soit le procédé de rechargement, la microstructure obtenue présente à la fois une **texture morphologique** et une **texture cristallographique**. Cependant, on peut noter que c'est le procédé LASER qui conduit à la texture la plus marquée. De plus, le procédé, via ses paramètres caractéristiques, induit des **tailles de microstructure** différentes. Les procédés MIG et PTA ont conduit à des tailles de microstructure similaires et plutôt grossières (largeurs branches primaires :  $\approx 15 - 20 \mu\text{m}$ ) et le procédé LASER a conduit à une microstructure plus fine (largeurs branches primaires :  $\approx 5 \mu\text{m}$ ).

La **dureté** des rechargements étudiés varie de 325 HV (pour les rechargements ST21-MIG monocouches) à 570 HV (pour les rechargements ST6-LASER). Ces différences de dureté ont été principalement reliées à la composition chimique des rechargements. En effet, l'augmentation de la dureté, liée à la composition chimique du matériau d'apport, est observée avec l'augmentation de la teneur en carbone dans les Stellite 6 (1,2 %mass) par rapport au Stellite 21 (0,27 %mass). De plus, la diminution de la dureté, liée au procédé et au nombre de couches, est observée avec l'augmentation de la teneur en fer.

## 2. Caractérisations après essais tribologiques

Concernant les résultats tribologiques, nous les aborderons classiquement à une échelle macroscopique (évolution du coefficient de frottement, volume d'usure) et microscopique (microdureté, microstructure, analyse de phase). L'analyse détaillée du comportement au frottement et à l'usure des différents rechargements étudiés sera développée dans la section «III-Discussion ». Pour mémoire, nous rappelons que les essais tribologiques ont été réalisés sur le tribomètre fortes charges de l'école des Mines d'Albi (Chapitre 2-II-3.1) et que les paramètres d'essais tribologiques sont classés en deux « paramétries » d'essais appelées P1 et P2 (Tableau 30).

	Charge	Pression de Hertz	Vitesse		Distance de glissement	
	daN	MPa	mm/s	rpm	m	Nbre de tours
<b>P1</b>	500	472	80	60	144	1800
<b>P2</b>	800	597	5	3,75	4	50

Tableau 30 : Paramètres d'essais tribologiques.

### 2. 1. Évolution du coefficient de frottement

Le coefficient de frottement est calculé à partir de l'enregistrement des efforts normaux et tangentiels au cours des essais, via le logiciel Labview®, avec une fréquence d'acquisition de 10 Hz. La reproductibilité et répétabilité des essais réalisés sur le tribomètre forte charge a été évaluée sur les essais de la paramétrie P2 à 20°C (annexe 1), ce qui valide la représentativité d'un essai par échantillon dans les autres paramétries.

L'évolution du coefficient de frottement sera présentée en fonction de la distance de glissement et pour améliorer la lisibilité des courbes, une moyenne mobile (sur 160 points) est calculée.

Parallèlement, les valeurs moyennes et les écarts-types des coefficients de frottement sur la durée totale des essais seront présentés en fonction de la nature des rechargements et des conditions d'essais. La valeur de l'écart-type donnera une information sur la stabilité du coefficient de frottement au cours des essais, et ce dernier constituera un marqueur du comportement au frottement.

Le Tableau 31 donne les coefficients moyens calculés sur la durée totale de l'essai et l'écart-type suivant les différentes paramétries de grande vitesse P1 et forte charge P2.

Pour la **paramétrie P1**, les rechargements ST21-MIG et le rechargement ST6-PTA présentent les valeurs moyennes les plus élevées et un écart-type faible.

Pour la **paramétrie P2 à 20 °C**, les valeurs moyennes de coefficient de frottement sont sensiblement identiques, de l'ordre de 0,24, une exception est faite pour le ST6-LASER mais ce qui est le plus notable sont les valeurs des écarts-types. Ainsi, on peut voir que tous les rechargements sauf le ST21-MIG monocouche présentent un écart-type supérieur ou égal à 0,04 qui traduit une évolution significative du coefficient de frottement.

Pour la paramétrie **P2 à hautes températures** (450 °C et 600 °C), il s'avère qu'il n'y a pas de distinction notable entre ces deux températures au niveau du comportement tribologique et que l'on retrouve des écarts-types supérieurs à 0,04 pour les Stellites LASER et le ST21-PTA.



Au vu des résultats de ce tableau, nous retrouvons de fortes similitudes de valeurs entre la paramétrie P1 et la paramétrie P2 hautes températures (températures de matrices de forgeage) et ceci pour l'ensemble des rechargements. Cette similitude de comportement peut être reliée à l'effet « grande vitesse » de la paramétrie P1 (Chap4-II-2.2) qui conduit à des élévations de température très importantes au niveau du contact (> 300 °C) s'approchant ainsi des essais hautes températures de la paramétrie P2. Ainsi, les valeurs les plus élevées à haute température sont pour les rechargements ST21-MIG et ST6-PTA.

	<b>ST21 MIG monocouche</b>	<b>ST21 MIG bicouche</b>	<b>ST21 PTA</b>	<b>ST21 LASER</b>	<b>ST6 PTA</b>	<b>ST6 LASER</b>
<b>P1 - 20 °C (*)</b>	0,34 ± 0,04	0,41 ± 0,03	0,21 ± 0,08	0,18 ± 0,09	0,39 ± 0,03	0,19 ± 0,07
<b>P2 - 20 °C</b>	0,26 ± 0,02	0,24 ± 0,04	0,23 ± 0,06	0,23 ± 0,07	0,24 ± 0,08	0,39 ± 0,09
<b>P2- 450 °C</b>	0,39 ± 0,02	0,34 ± 0,03	0,21 ± 0,07	0,19 ± 0,07	0,33 ± 0,04	0,17 ± 0,10
<b>P2- 600 °C</b>	0,35 ± 0,02	0,34 ± 0,02	0,24 ± 0,04	0,17 ± 0,07	0,38 ± 0,04	0,19 ± 0,09

(\*) température réelle de contact > 300 °C.

**Tableau 31 : Synthèse des coefficients de frottement (moyenne et écart-type) pour tous les essais « de référence » réalisés.**

Les valeurs moyennes et les écarts-types associés sont corroborés par les évolutions du coefficient de frottement (Figure 207) qui confirment des différences de comportement des surfaces des rechargements par rapport à une sollicitation en frottement. Plus spécifiquement, cette différence de réponse sera associée, dans la partie « III-Discussion », aux différences de mécanismes de déformation plastique pouvant intervenir en fonction de la composition, du procédé et du nombre de couche des rechargements.

Ainsi, l'évolution des courbes de frottement (Figure 207) permet d'identifier trois types de comportement :

- **stationnaire** : les rechargements **ST21-MIG monocouche** présentent un coefficient de frottement stationnaire quelles que soient les conditions et la température d'essai. Les rechargements **ST6-PTA** et **ST21-MIG bicouche** présentent ce même type de comportement pour des essais à haute température (450 °C et 600 °C).
- **décroissante puis stationnaire** : les rechargements **ST21-PTA** et **ST21-LASER** présentent une chute immédiate du coefficient de frottement suivie d'une stabilisation. Les rechargements **ST6-LASER** présentent le même comportement à haute température (450 °C et 600 °C).
- **stationnaire, chute puis stationnaire** : les rechargements **ST6-LASER** présentent à la température de 20 °C, une chute du coefficient de frottement qui ne se produit pas dès le début de l'essai, mais après une certaine « période d'incubation ».

L'évolution des courbes confirme les similitudes de comportement entre la paramétrie P1 et la paramétrie P2 hautes températures. On peut remarquer que dans le cas où le coefficient de frottement reste stable, le coefficient de frottement est plus faible à température ambiante qu'à haute température (450 °C et 600 °C). Alors qu'au contraire, dans le cas où il y a une chute du coefficient de frottement, le coefficient de frottement est plus faible à hautes températures (450 °C et 600 °C) qu'à température ambiante.



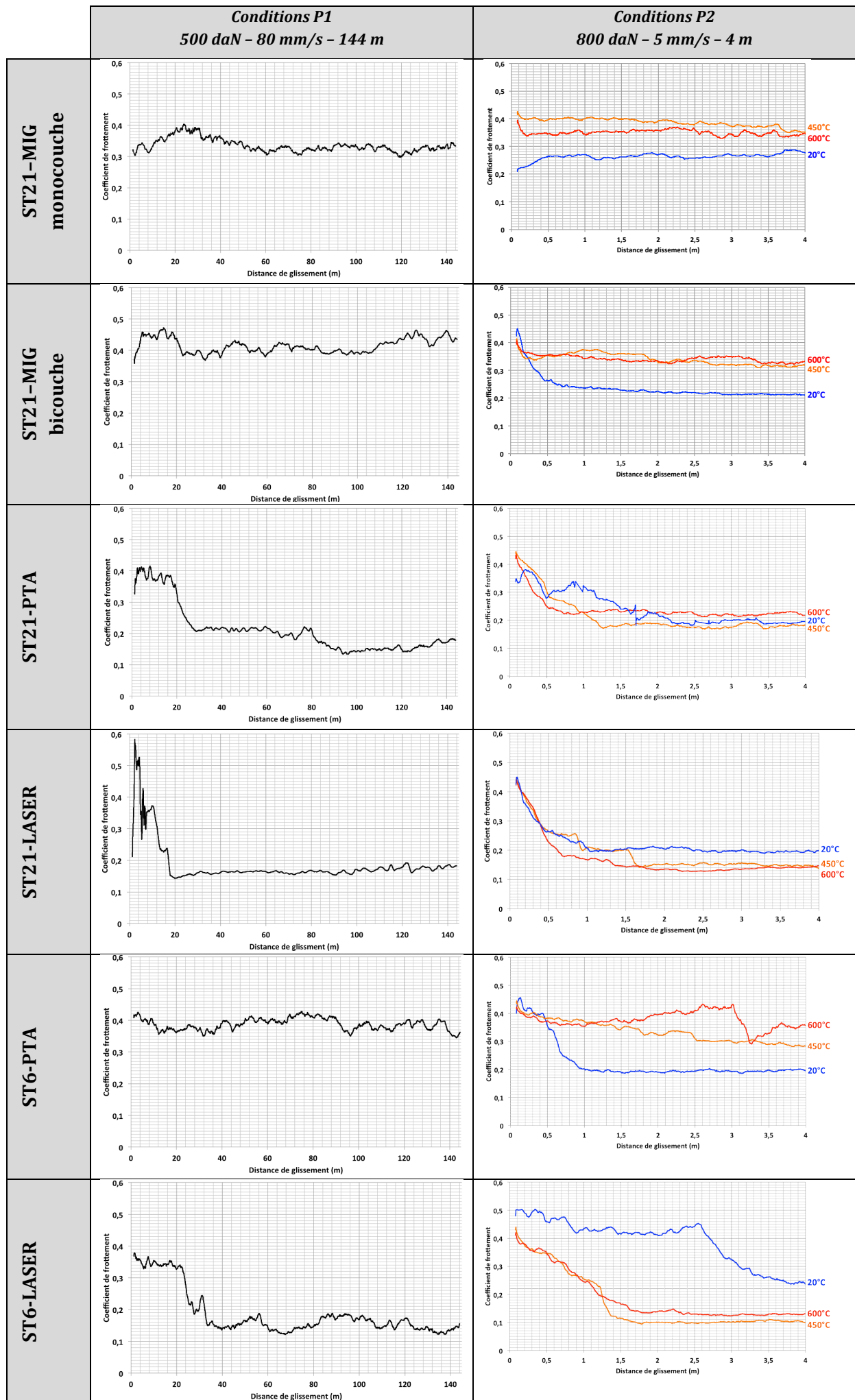


Figure 207 : Évolutions du coefficient de frottement.

## 2. 2. Évolution de la température au cours des essais tribologiques

Les anneaux ont été instrumentés par des thermocouples soudés en surface afin d'estimer l'évolution de la température au cours des essais. Pour les essais à température ambiante (paramétries P1 et P2), trois thermocouples ont été soudés à différentes distances par rapport à la surface de contact : 3 mm, 27 mm et 51 mm (Figure 208-a). Pour les essais de la paramétrie P2 à hautes températures, et afin de s'assurer de l'homogénéité de la température lors du chauffage par induction, les thermocouples ont été soudés directement dans le rayon de l'anneau et donc très proches de la surface de contact (Figure 208-b).

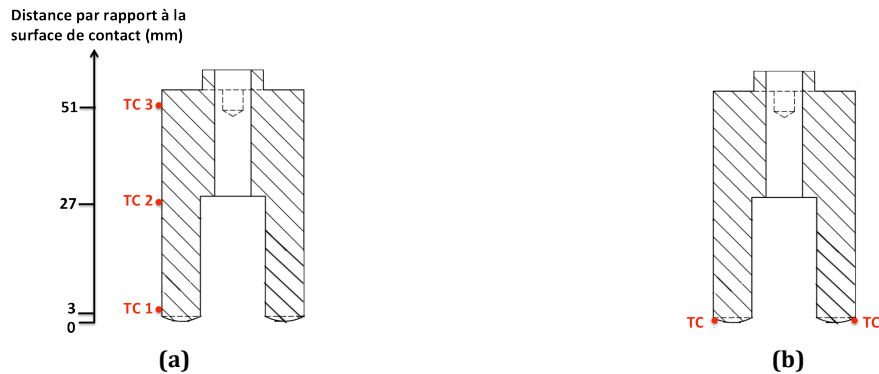


Figure 208 : Positionnement des thermocouples (a) cas des essais à température ambiante et (b) cas des essais à haute température.

L'acquisition des températures en cours d'essai (Figure 209) a mis en évidence une augmentation importante (de l'ordre de 300 °C) de celle-ci dans le cas de la paramétrie P1 (80 mm/s – 144 m – 500 daN) et une augmentation de température considérée comme négligeable (< 30 °C) dans le cas de la paramétrie P2 (5 mm/s – 4 m – 800 daN).

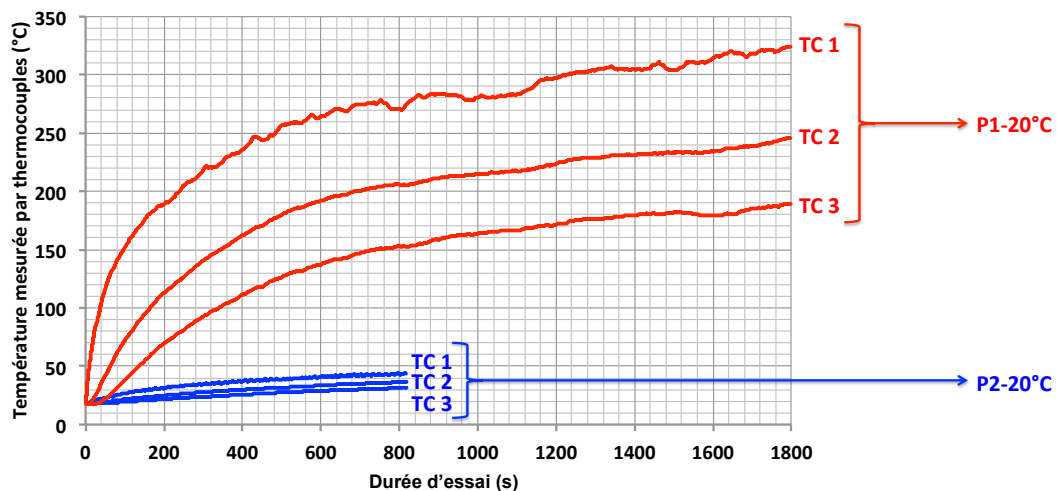


Figure 209 : Comparaison des évolutions de température en cours d'essais tribologiques mesurées par des thermocouples soudés en surface des échantillons (Figure 208) en fonction de la durée d'essai entre les paramétries P1 et P2 à la température initiale d'essai de 20 °C (exemple du ST21-MIG).

Pour les essais **P1 stationnaires**, les températures augmentent et se stabilisent du fait des conditions thermiques environnantes (effet convectif) (Figure 210-a).

Pour les essais **P1 qui ne sont pas stationnaires** dans l'évolution de la courbe de frottement, les courbes de températures montrent également que celles-ci augmentent

significativement pour les valeurs élevées de frottement et ont tendance à se stabiliser dès la chute des valeurs du coefficient de frottement (Figure 210-b).

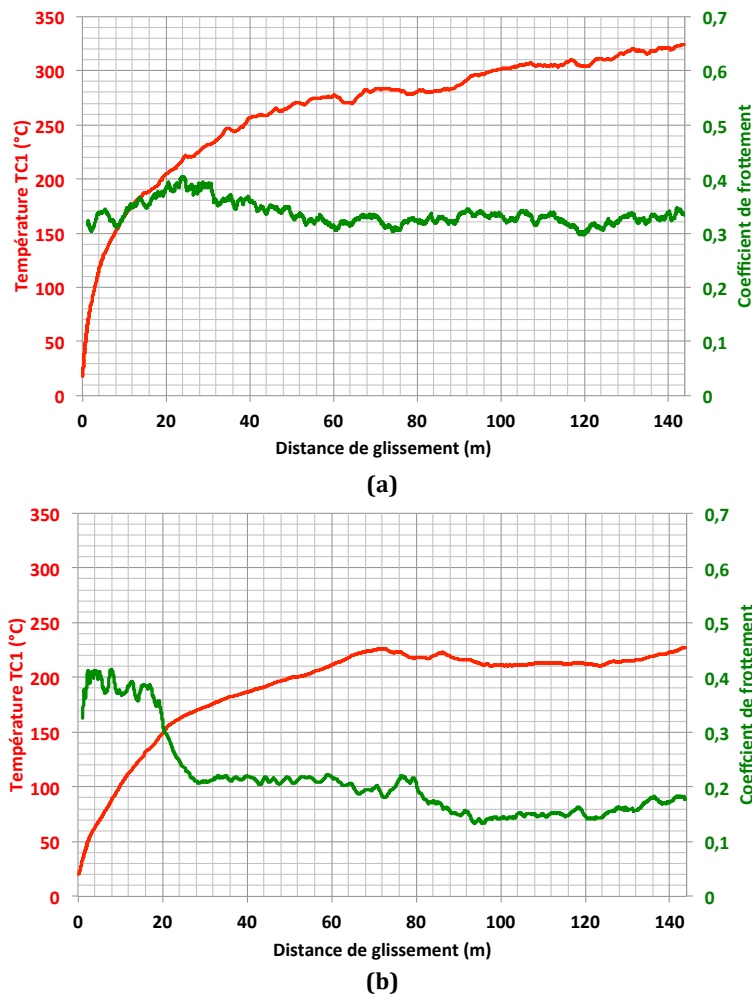


Figure 210 : Comparaison entre l'évolution du coefficient de frottement et l'augmentation de la température, pour la paramétrie P1-20 °C, dans les cas du ST21-MIG (a) et du ST21-PTA (b).

Les effets vitesse et durée d'essai jouent un rôle important sur l'élévation de la température. En effet, dans le cadre de la paramétrie P1, l'énergie fournie dans le contact (Équation 18) est de l'ordre de 720 kJ alors qu'elle n'est que de l'ordre de 32 kJ pour la paramétrie P2.

$E = F_N \times d$	<p><math>E</math> : énergie fournie dans le contact (J)  <math>F_N</math> : charge normale (N)  <math>d</math> : distance totale de glissement (m)</p>
--------------------	--

Équation 18 : Énergie fournie dans le contact.

Les mesures de température, même si celles-ci ne sont que des estimations basses de la température de contact, indiquent que le comportement des rechargements lors de la paramétrie P1 présentera des similitudes avec leur comportement lors de la paramétrie P2 à haute température (450 °C et 600 °C), ce qui est déjà perceptible au niveau des valeurs des coefficients de frottement et de leurs évolutions (Figure 207).

### 2. 3. État de surface et volume d'usure

Les observations en microscopie optique des traces d'usure des différents rechargements mettent en évidence des rayures concentriques caractéristiques de l'usure par micro-abrasion (Figure 211).

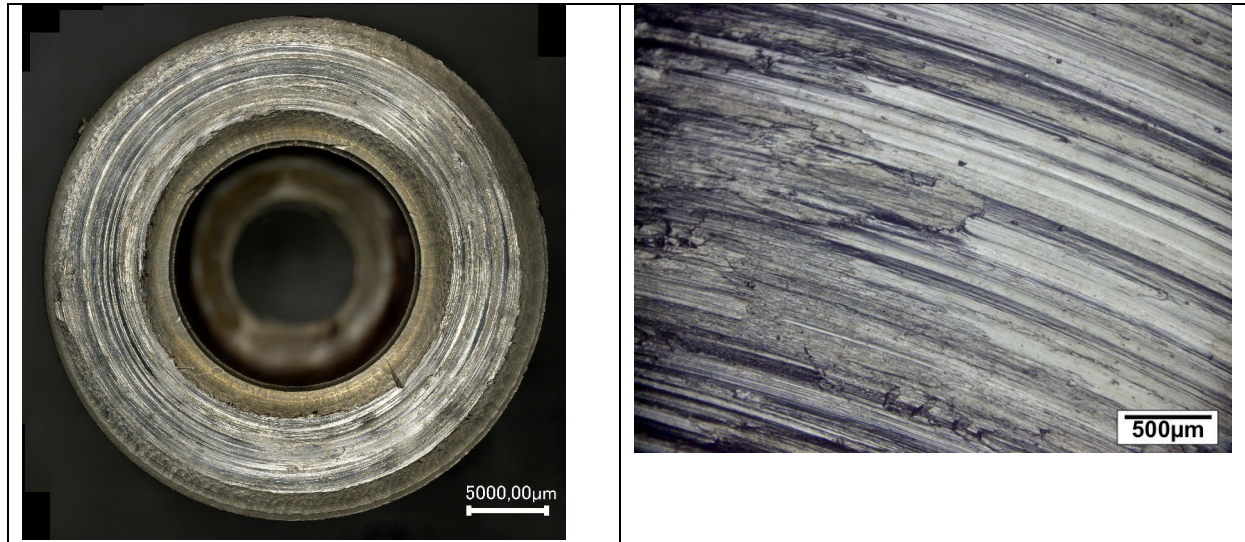
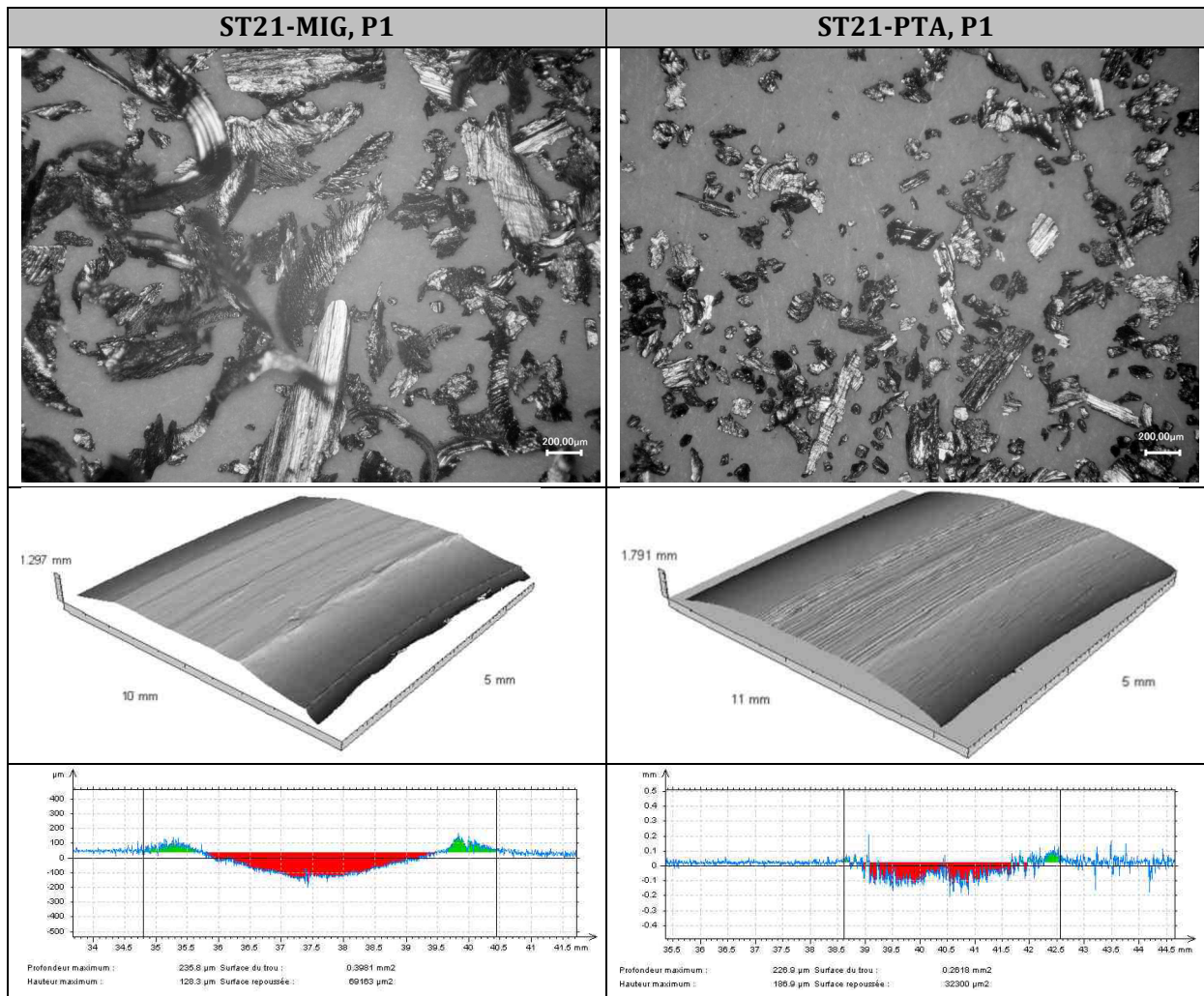


Figure 211 : ST21-MIG \_ P1-20 °C.

Quelques observations des particules d'usure mettent en évidence des différences de tailles et de morphologie de celles-ci qui supposent un comportement à l'écoulement plastique différent selon les rechargements. La forme de ces particules peut être corrélée à l'état de surface de la zone d'usure (Figure 212) qui montre des caractéristiques différentes selon les rechargements Stellite :

- les particules d'usure de faible taille (< 200  $\mu\text{m}$ ) sont associées à une surface après essai plus rugueuse (LASER, PTA) et indiquent une « faible » perte de matière
- les particules de tailles comprises entre 200 et 400  $\mu\text{m}$  sont associées à une surface plus « lisse » (MIG) et indiquent une perte de matière plus importante.





**Figure 212 : Morphologie des particules d'usure, représentation 3D de la surface de frottement et mesure des volumes d'usure pour le rechargement ST21-MIG avec la paramétrie P1 et le rechargement ST21-PTA avec la paramétrie P1.**

La quantification des volumes d'usure a été réalisée à partir de mesures topographiques à la surface des anneaux et des disques après essais tribologiques (chapitre 2-III-1.). Nous n'utiliserons pas la grandeur de taux d'usure ( $10^6 \text{ mm}^3/(\text{N.m})$ ) pour comparer les paramétries P1 et P2 car la distorsion des résultats accentuée artificiellement le volume d'usure observé pour la paramétrie P2 masquant ainsi le fait que les volumes d'usure sont nettement plus importants pour la paramétrie P1 que pour la paramétrie P2 (Figure 213). Nous choisissons donc de comparer les volumes d'usure entre les différents rechargements indépendamment pour la paramétrie P1 et pour la paramétrie P2.

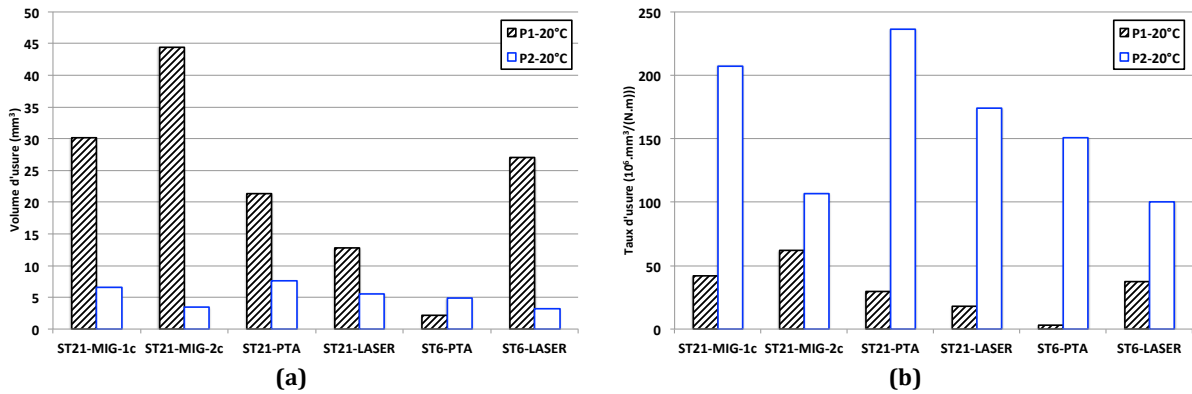


Figure 213 : Comparaison de l'usure entre les paramètres P1 et P2 à 20 °C, (a) : comparaison en volume d'usure et (b) : comparaison en taux d'usure.

- **Paramétrie P1**

Pour la nuance **Stellite 21** (Figure 214), on peut constater que le volume d'usure diminue globalement quand la dureté initiale du rechargement augmente. Cette augmentation de dureté est essentiellement due à la diminution de la teneur en fer dans le rechargement et à l'affinement de la microstructure. Pour cette raison, le ST21-LASER présente la meilleure résistance à l'usure.

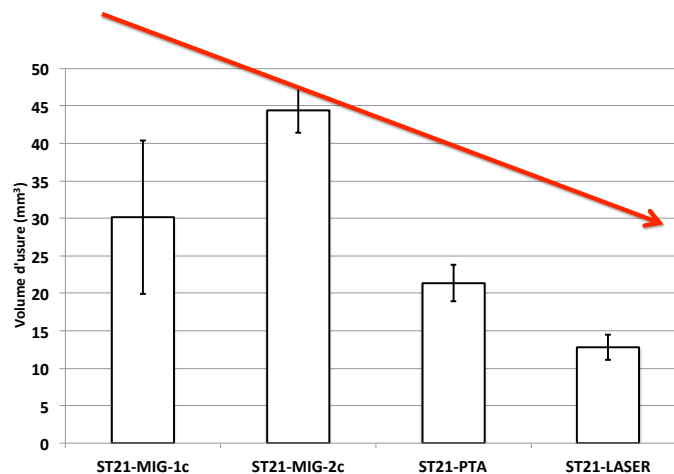


Figure 214 : Volumes d'usure des rechargements Stellite 21 pour la paramétrie P1.

Pour la nuance **Stellite 6** (Figure 215), la fraction volumique de carbures interdendritiques est beaucoup plus importante que dans le cas précédent. Le rechargement ST6-LASER (570 HV) est beaucoup plus dur que le rechargement ST6-PTA (460 HV). Au vu du résultat obtenu, le ST6-LASER aurait un comportement plus fragile, les particules d'usure pourraient être plus abrasives et conduire à un volume d'usure plus important, pour les conditions de forte vitesse (80 mm/s).



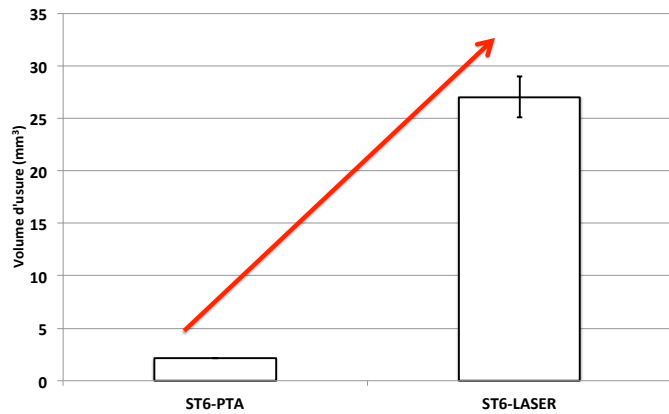


Figure 215 : Volumes d'usure des rechargements Stellite 6 pour la paramétrie P1.

- **Paramétrie P2**

Pour la nuance **Stellite 21**, le volume d'usure des anneaux est présenté par type de procédé de rechargement et par température d'essai sur la Figure 216. On peut alors dégager un début de tendance, c'est-à-dire que le volume d'usure diminue lorsque la teneur en fer dans le rechargement diminue, la dureté du rechargement augmente et la microstructure des rechargements est plus fine (largeur des dendrites diminue). On constate également que le volume d'usure tend à augmenter avec la température quand il n'y a pas d'évolution du coefficient de frottement et diminue quand il y a chute du coefficient de frottement. Ce constat est particulièrement observé pour le ST21-MIG monocouche (coefficient de frottement stationnaire), pour le PTA et le LASER (chute du coefficient de frottement). Ces résultats seront associés, dans le paragraphe suivant, aux mécanismes de déformation plastique des rechargements.

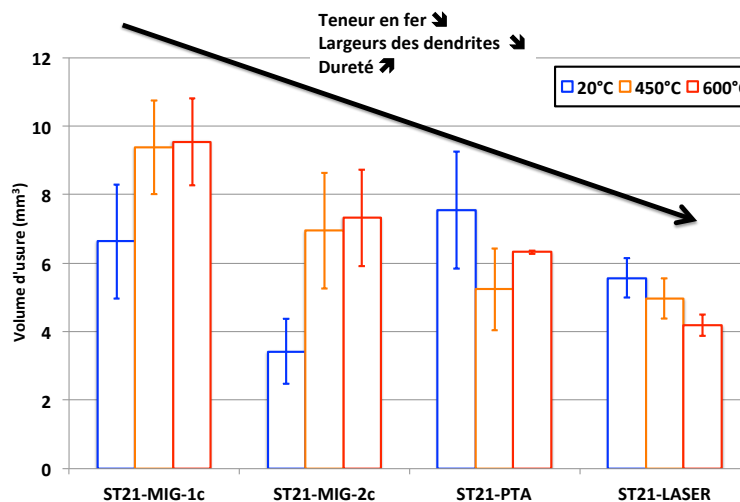


Figure 216 : Volumes d'usure des rechargements Stellite 21 pour la paramétrie P2 à 20°C, 450°C et 600°C.

Pour la nuance **Stellite 6**, le volume d'usure des anneaux est présenté pour les deux procédés de rechargement PTA et LASER (Figure 217). Globalement le volume d'usure est moindre que pour le Stellite 21. Ceci pourrait être dû au renforcement de la microstructure par un réseau de carbures interdendritique plus important. La faible vitesse de la paramétrie P2 est cette fois-ci favorable au rechargement ST6-LASER dont le volume d'usure est constant et faible, indépendamment de la température d'essai. Pour le ST6-PTA, son coefficient de frottement reste stable à haute température et comme précédemment on peut l'associer à une usure plus prononcée.

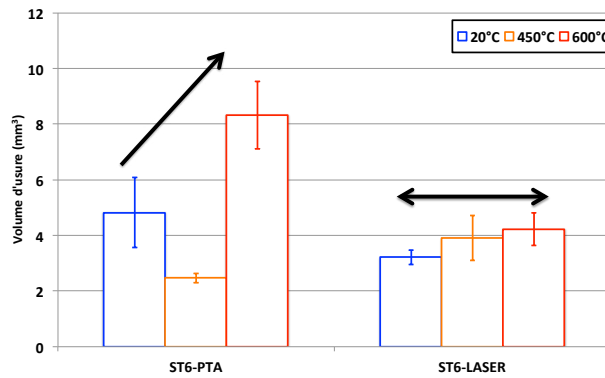


Figure 217 : Volumes d'usure des rechargements Stellite 6 pour la paramétrie P2 à 20 °C, 450 °C et 600 °C.

En regardant uniquement les résultats des volumes d'usure des différents rechargements, il est difficile de tirer des conclusions nettes sur le rôle des contributions de la nuance de rechargement (composition chimique, taux de carbure, dureté) et du procédé de rechargement (taille de microstructure, dureté, teneur en fer) en fonction des différentes paramètres et surtout en fonction de la température d'essai. On peut cependant identifier que le ST6-LASER présenterait la meilleure résistance à l'usure en paramétrie P2, qui est plus représentative des conditions industrielles quant à la vitesse de glissement.

#### 2. 4. Observations en coupe

Après essais, des observations ont été réalisées au MEB sur des coupes transverses des anneaux, dans la direction parallèle au glissement. Les échantillons observés ont été polis jusqu'à 1 µm et la microstructure a été révélée par une attaque électrolytique dans une solution 50 %vol d'HCl / 50 %vol d'EtOH.

La déformation plastique des Stellites est bien démontrée, avec une réorientation des dendrites selon la direction de glissement (Figure 218). Quel que soit le rechargement, en extrême surface de la trace de frottement, les dendrites sont cisailées et on observe un écoulement plastique pour toutes les paramètres d'essai.

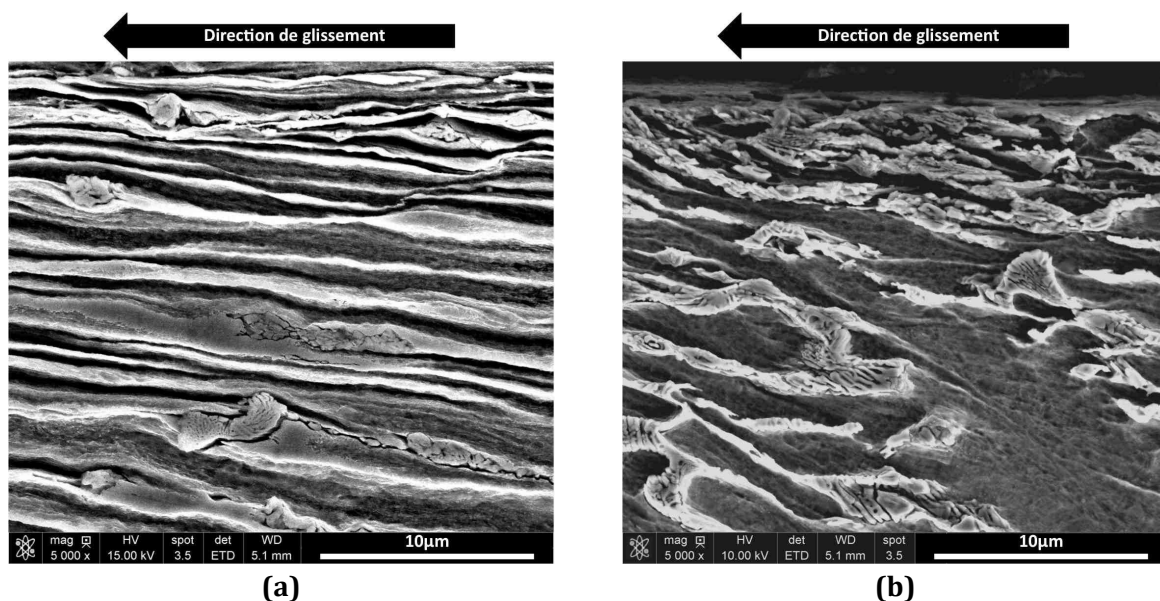
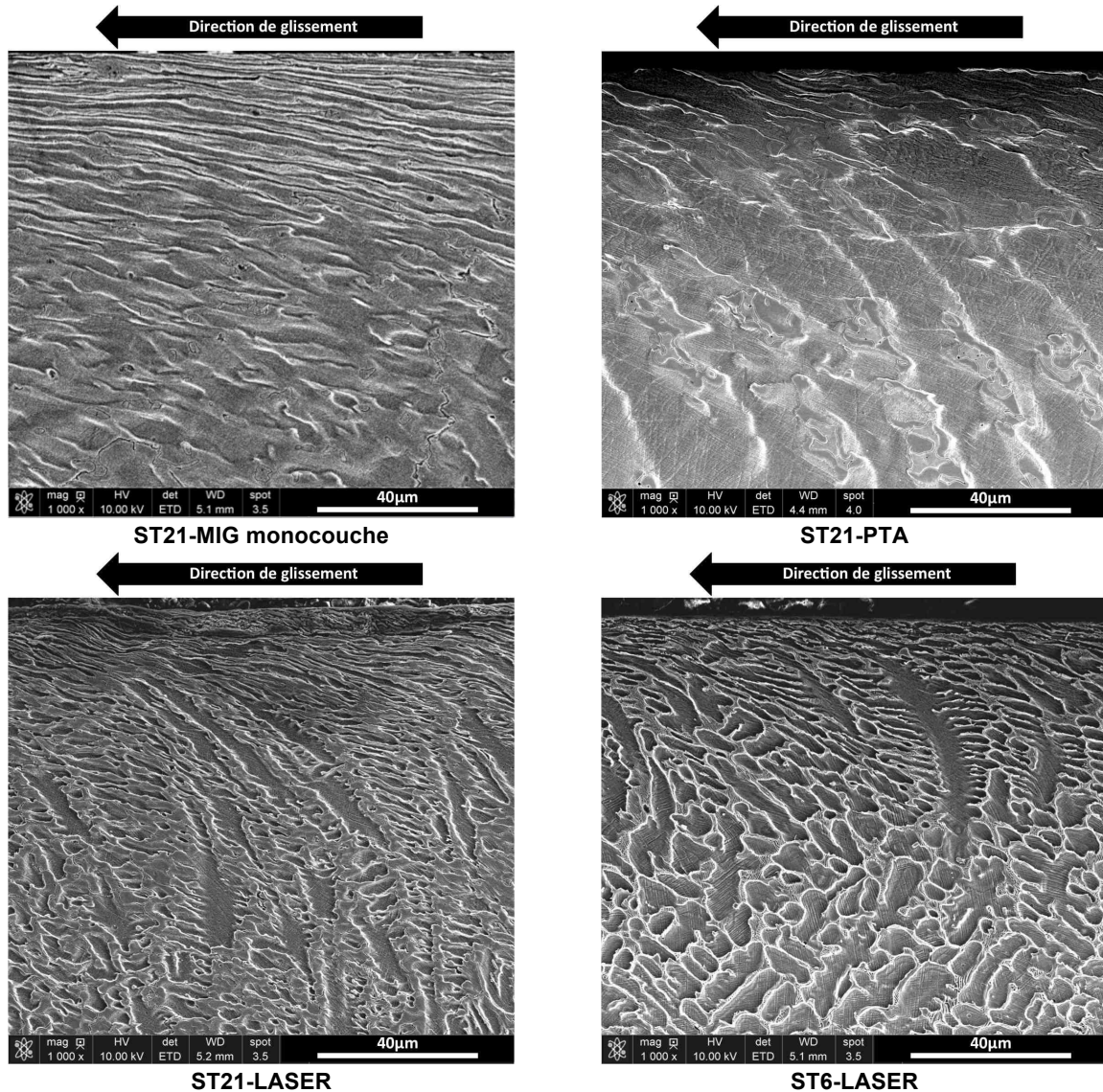


Figure 218 : Observation MEB de la déformation plastique en sous-couche, dans la direction de glissement (a) exemple du ST21-MIG\_P1 monocouche et (b) ST6-LASER\_P1.

Dans le cas des **conditions d'essais P1** (Figure 219), l'écoulement plastique des dendrites est plus important pour le ST21-MIG. Les dendrites sont entièrement « laminées » en extrême surface, leur axe principal n'est plus perpendiculaire mais parallèle à la surface de contact et l'épaisseur de la dendrite devient submicronique. On peut alors estimer l'écoulement plastique à plusieurs centaines de pourcent de déformation. Concernant la profondeur affectée, les micrographies montrent un gradient d'écoulement plastique de la matrice dendritique sur les 80 premiers micromètres.



**Figure 219 : Observations MEB des surfaces de glissement en coupes parallèles à la direction de sollicitation, paramétrie P1.**

À plus fort grossissement (Figure 220), on observe que l'écoulement plastique est pris en charge totalement par la matrice dendritique et les carbures interdendritiques sont entièrement ou partiellement fissurés (Figure 221). Les carbures et des débris de carbures sont alors plus ou moins « noyés » dans le flux d'écoulement plastique de l'interdendritique et deviennent des marqueurs de la déformation par cisaillement. Pour la surface du rechargement ST6-LASER, qui combine une microstructure fine associée à des espaces interdendritiques quasiment constitués de carbures, l'écoulement plastique de la matrice est moindre que dans le cas du ST21-MIG. Même si les carbures interdendritiques peuvent être également cisailés, fissurés et sous forme



de débris, on peut parler de « gainage » mécanique de la macrostructure du fait de ce réseau de carbures. Par contre dans les premiers micromètres sous la surface de contact, comme pour le ST21-MIG, on ne perçoit quasiment plus la microstructure du rechargement.

Le ST21-MIG est le rechargement présentant le plus d'endommagement en surface en raison du couplage entre une moindre contribution de la teneur en carbures interdendritiques et une microstructure plus grossière qui pourrait induire une plus faible résistance au cisaillement mécanique. Les rechargements PTA, suivant le grade de la Stellite, présentent des endommagements intermédiaires ente les deux rechargements détaillés précédemment.

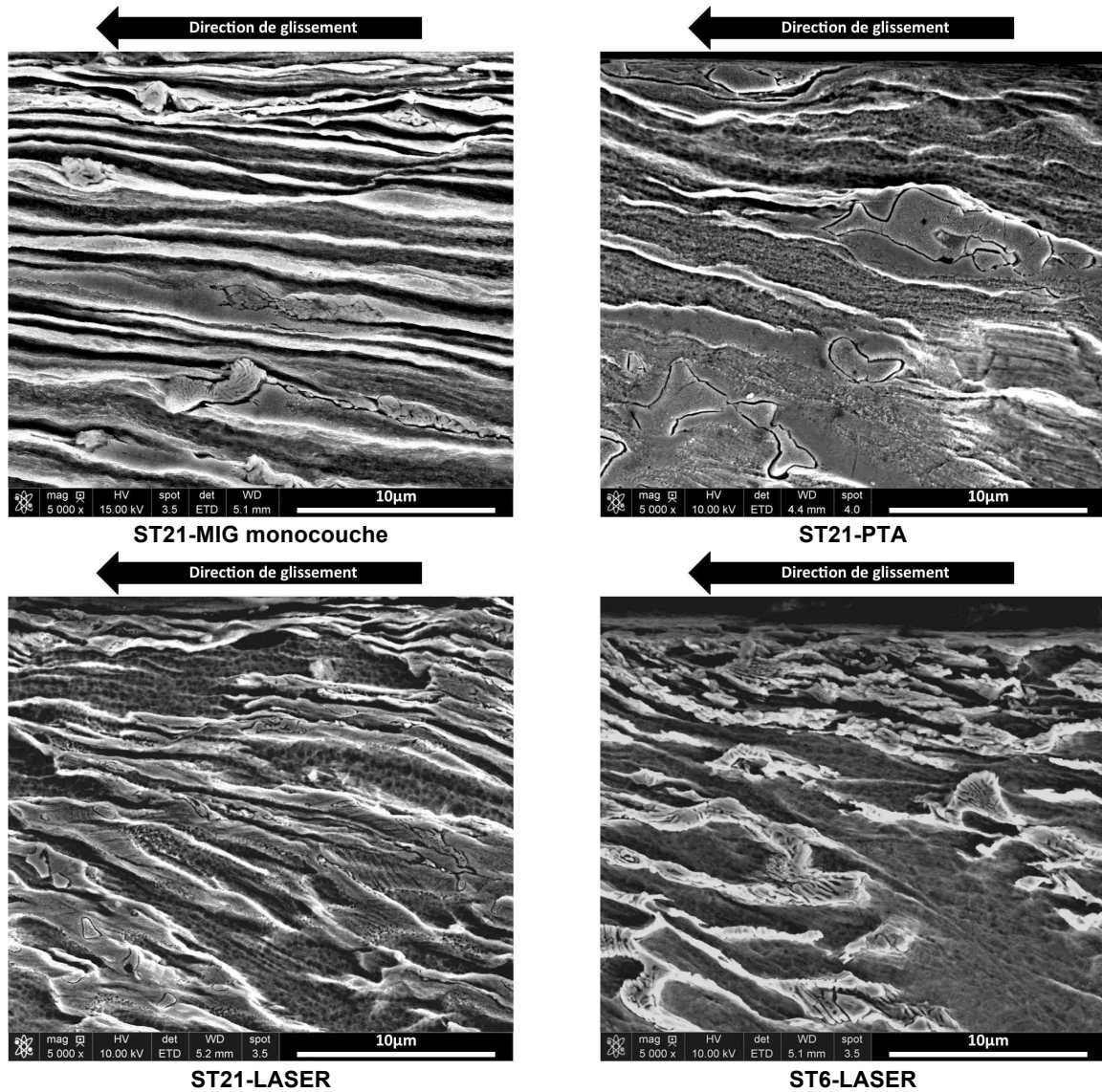


Figure 220 : Observations MEB des extrêmes surfaces de glissement en coupes parallèles à la direction de sollicitation-P1.

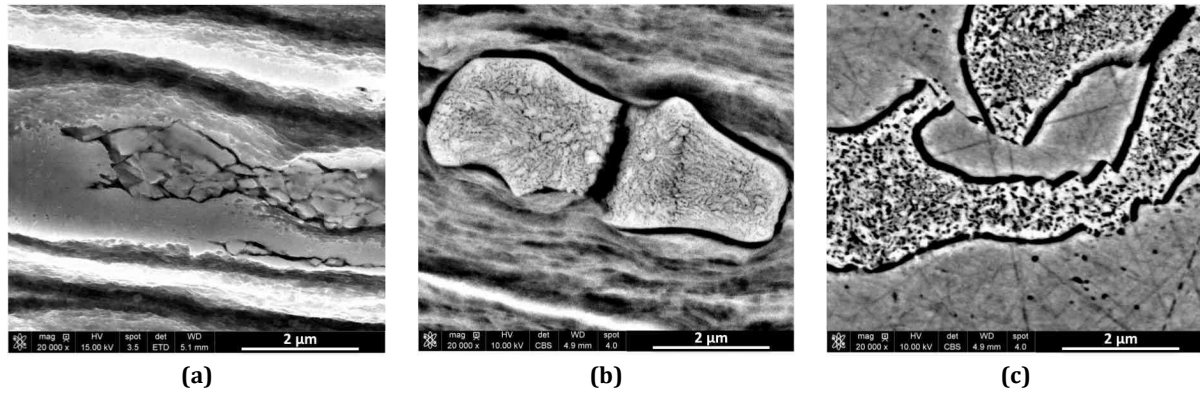


Figure 221 : Observation MEB de carbures fissurés en sous-couche de la surface frottée : exemples sur (a) ST21-MIG\_P1, (b) ST21-MIG\_P2-450 °C et (c) ST21-PTA\_P2-20 °C.

La paramétrie des essais tribologiques P2 conduit à des observations similaires mais les épaisseurs d'écoulement plastique en extrême surface sont moindres (Figure 222, Annexe 2). En effet, la distance de glissement de la paramétrie P2 (4 m) est largement inférieure à celle de P1 (144 m).

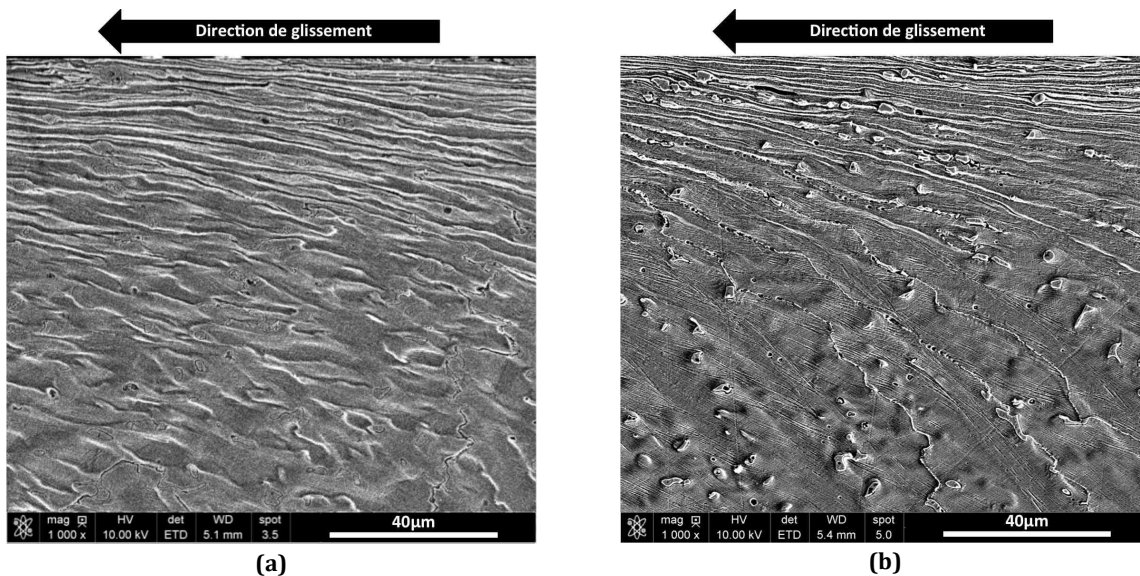


Figure 222 : Écoulement plastique en sous-couche pour le rechargement ST21-MIG, (a) paramétrie P1 et (b) paramétrie P2-20 °C.

Au vu de ces observations, il peut être conclu qu'un des mécanismes d'accommodation des différences de vitesses dans le contact, entre l'anneau (fixe) et le disque (en rotation), est la déformation plastique des dendrites et des espaces interdendritiques sous l'effet du cisaillement.

## 2. 5. Évolution de dureté et épaisseur affectée

L'écroissage a été déterminé, par des filiations de microdureté (Vickers, 300 g), après essai sur des coupes transverses perpendiculairement à la direction de glissement, dans la zone cisailée plastiquement en extrême surface des rechargements et sur toute la largeur de l'échantillon (Figure 223). Les filiations de dureté sont réalisées avec un pas de 100 µm et la première valeur est mesurée à une distance de 30 µm de la surface, cette distance étant imposée

par la taille des indentations Vickers. En prenant pour exemple le rechargement ST6-PTA en conditions d'essai P1, la Figure 223 montre la démarche avec l'ensemble des courbes d'évolution de la microdureté en fonction de la profondeur.

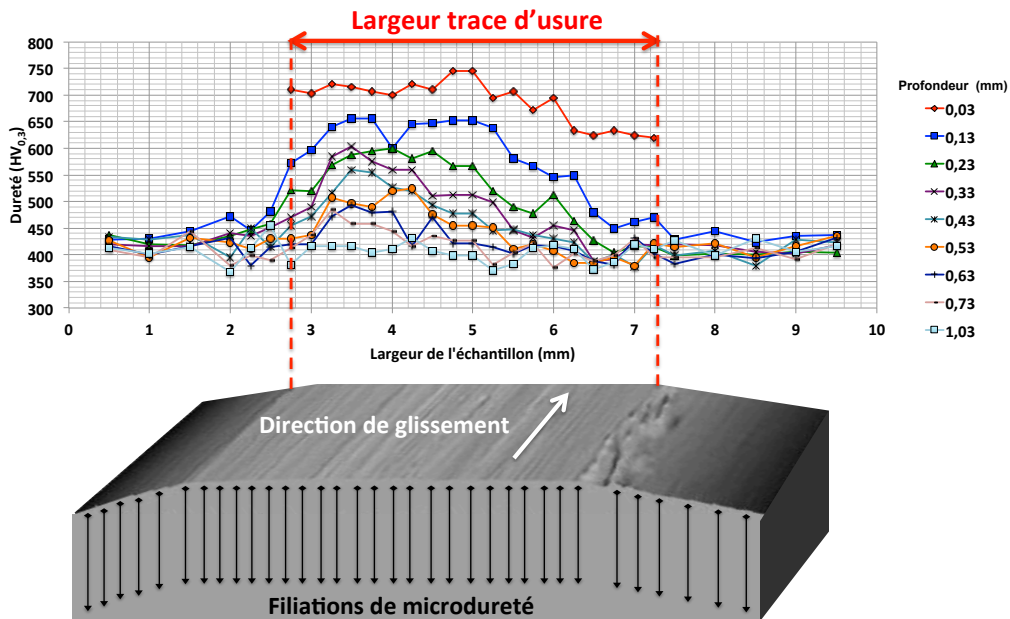


Figure 223 : Exemple de mesures de dureté en coupe perpendiculairement à la trace d'usure, à différentes profondeurs par rapport à la surface de l'échantillon (ST6-PTA\_P1-20 °C).

Les mesures de dureté vérifient que, quel que soit le procédé de rechargement, les Stellites s'écaillent sous sollicitations tribologiques et sur toute la largeur de la trace d'usure. De plus, un gradient de dureté est observé sur les 500 premiers micromètres des surfaces de glissement indépendamment des conditions d'essais (Figure 224-a). Contrairement aux observations MEB présentées dans le paragraphe précédent, ces mesures rendent bien compte des épaisseurs réellement affectées par la déformation plastique (Figure 224).

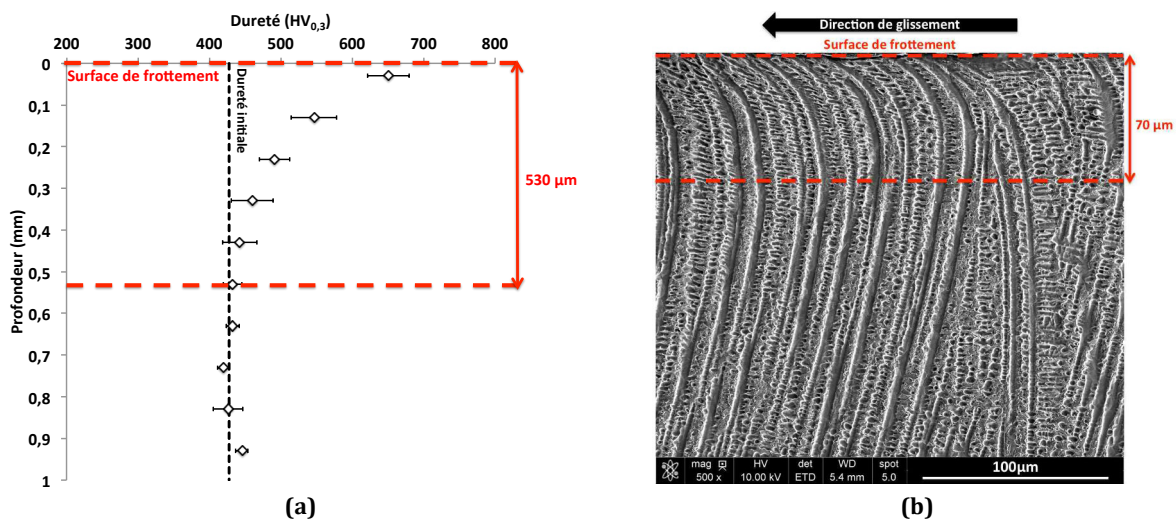


Figure 224 : Comparaison de la profondeur affectée par la déformation plastique entre (a) les mesures de dureté et (b) les observations MEB (exemple du ST21-LASER avec la paramétrie P2-450 °C).



Dans la partie supérieure de la zone déformée plastiquement, la dureté atteint une valeur maximale de l'ordre de 700 HV<sub>0,3</sub> quels que soient la composition du Stellite ou les procédés de rechargement. Ainsi, la teneur en carbure ne semblant pas influencer cette dureté maximale, on peut supposer que l'érouissage est préférentiellement induit par la déformation plastique des dendrites.

De plus, compte tenu que les duretés initiales sont différentes, le taux d'érouissage (variation relative de dureté entre la dureté initiale et finale) diffère selon les types de rechargement : plus le rechargement est initialement dur plus le taux d'érouissage est faible (Figure 225). Les taux d'érouissage sont résumés dans le Tableau 32.

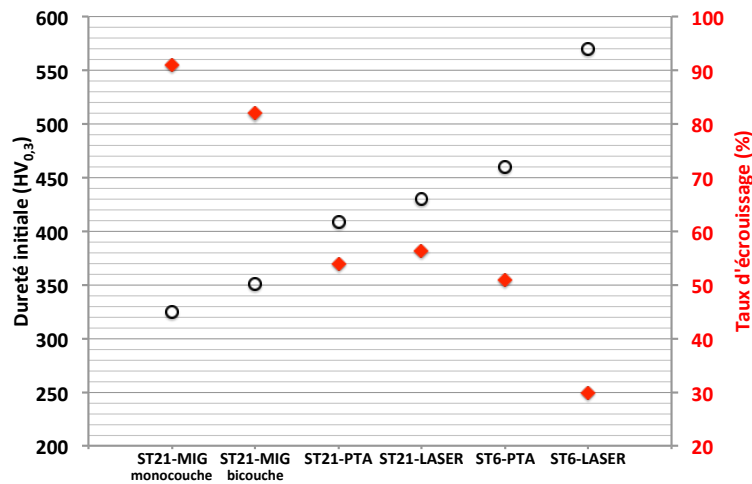


Figure 225 : Évolutions de la dureté initiale et de l'érouissage en fonction des rechargements.

	ST21 MIG monocouche	ST21 MIG bicouche	ST21 PTA	ST21 LASER	ST6 PTA	ST6 LASER
<b>P1 - 20 °C</b>	91,8	85,8	51,4	58,6	56,1	29,9
<b>P2 - 20 °C</b>	97,4	57,1	45,3	51,4	50,9	30,9
<b>P2- 450 °C</b>	100	75,0	51,4	51,9	48,1	29,9
<b>P2- 600 °C</b>	87,9	85,1	68,5	63,2	48,6	28,7

Tableau 32 : Taux d'érouissages (en %) pour les différents rechargements en fonction des conditions d'essais.

On remarque que plus le taux de dilution en fer dans les rechargements est faible, plus la dureté initiale est élevée et plus le taux d'érouissage est faible. Ce résultat diffère des résultats de Fouilland et al. [FOUI09] qui ont observé une augmentation du taux d'érouissage avec une diminution de la dilution de fer pour un rechargement ST21-MIG (Chapitre 1-V-1.2).

La microstructure pourrait être un autre paramètre influant sur le taux d'érouissage. Cependant, son influence n'a pas pu être identifiée car elle aurait nécessité une comparaison entre des rechargements de même composition chimique ne se différenciant que par la taille de leur microstructure. On suppose donc dans notre cas que le paramètre « teneur en fer » est responsable des différences de taux d'érouissage observées.

L'effet de la fraction volumique des carbures ne peut être comparé que sur le rechargement LASER entre le Stellite 21 et le Stellite 6 car c'est le seul rechargement qui

conserve la même teneur en fer. Ainsi, plus la fraction volumique est importante (Stellite 6), plus la dureté initiale est élevée et plus le taux d'écrouissage est faible.

Les rechargements Stellite, quels que soient leur procédé de dépôt ou leur grade, atteignent une valeur limite en dureté pour toutes les conditions d'essais. Si la valeur moyenne de 700 HV<sub>0,3</sub> semble correspondre à la dureté « ultime » de ce type de rechargement avant l'émission de particules d'usure dans le contact, le taux d'écrouissage évolue en fonction des rechargements.

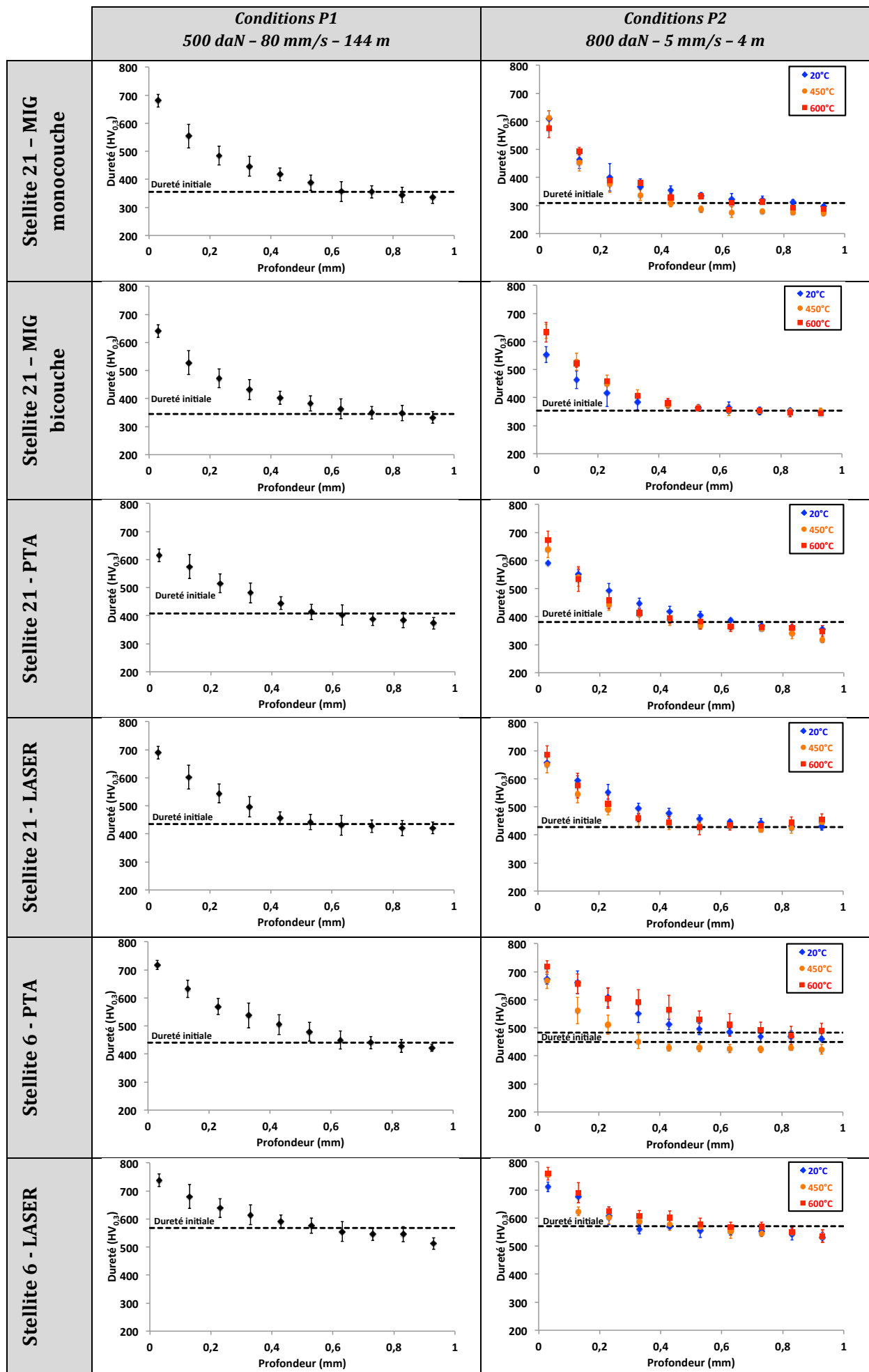


Figure 226 : Évolution de la dureté des rechargements sous sollicitations tribologiques.

## 2. 6. Analyse de phases et orientation préférentielle

Les variations des paramètres tribologiques, comme l'évolution du coefficient de frottement, le taux d'usure, les variations du taux d'érouissage et les observations en coupe nous ont conduits à nous intéresser plus précisément aux modifications de phase des surfaces des rechargements sous sollicitations de frottement. Ainsi, après essais tribologiques, des analyses par DRX classique ont été effectuées sur chacun des rechargements pour identifier les phases en présence. L'orientation cristallographique des phases a été étudiée à partir de mesures de figures de pôles.

### a. Analyse de phases

Rappelons tout d'abord que la structure initiale des rechargements est de type CFC. Cette structure CFC « métastable » est due à la solidification rapide inhérente aux procédés de soudage. Les analyses classiques par DRX (profondeur analysée entre 10 et 15  $\mu\text{m}$ ) réalisées en surface des échantillons, dans la trace d'usure, ont montré des phases différentes en fonction des procédés et du grade des rechargements (Tableau 33, Figure 227) :

- pour les rechargements **ST21-MIG monocouches**, seule la phase CFC est présente, quelles que soient les conditions d'essais (P1 et P2),
- pour les rechargements **ST21-PTA, ST21-LASER et ST6-LASER**, la transformation de phase CFC en HC s'est produite, quelles que soient les conditions d'essais (P1 et P2),
- pour les rechargements **ST6-PTA et ST21-MIG bicouche** :
  - o dans les conditions de sollicitations P2-20 °C, la transformation de phase CFC en HC s'est produite.
  - o dans les conditions de sollicitations P1-« 20 °C », P2-450 °C et P2-600 °C, la structure CFC est conservée. Notons que dans les conditions de sollicitations P1-« 20 °C », l'augmentation de température liée à l'énergie thermique dissipée dans le contact est importante et que la température atteinte à 3 mm du contact est de l'ordre de 350 °C en fin d'essai. Ainsi, cette différence de comportement est probablement liée à un effet thermique au cours des essais tribologiques.

	<b>ST21 MIG monocouche</b>	<b>ST21 MIG bicouche</b>	<b>ST21 PTA</b>	<b>ST21 LASER</b>	<b>ST6 PTA</b>	<b>ST6 LASER</b>
<b>P1-« 20 °C »</b>	CFC	CFC	HC	HC	CFC	HC
<b>P2-20 °C</b>	CFC	HC	HC	HC	HC	HC
<b>P2-450 °C</b>	CFC	CFC	HC	HC	CFC	HC
<b>P2-600 °C</b>	CFC	CFC	HC	HC	CFC	HC

Tableau 33 : Phase exclusivement ou majoritairement présente en fin d'essai (DRX).

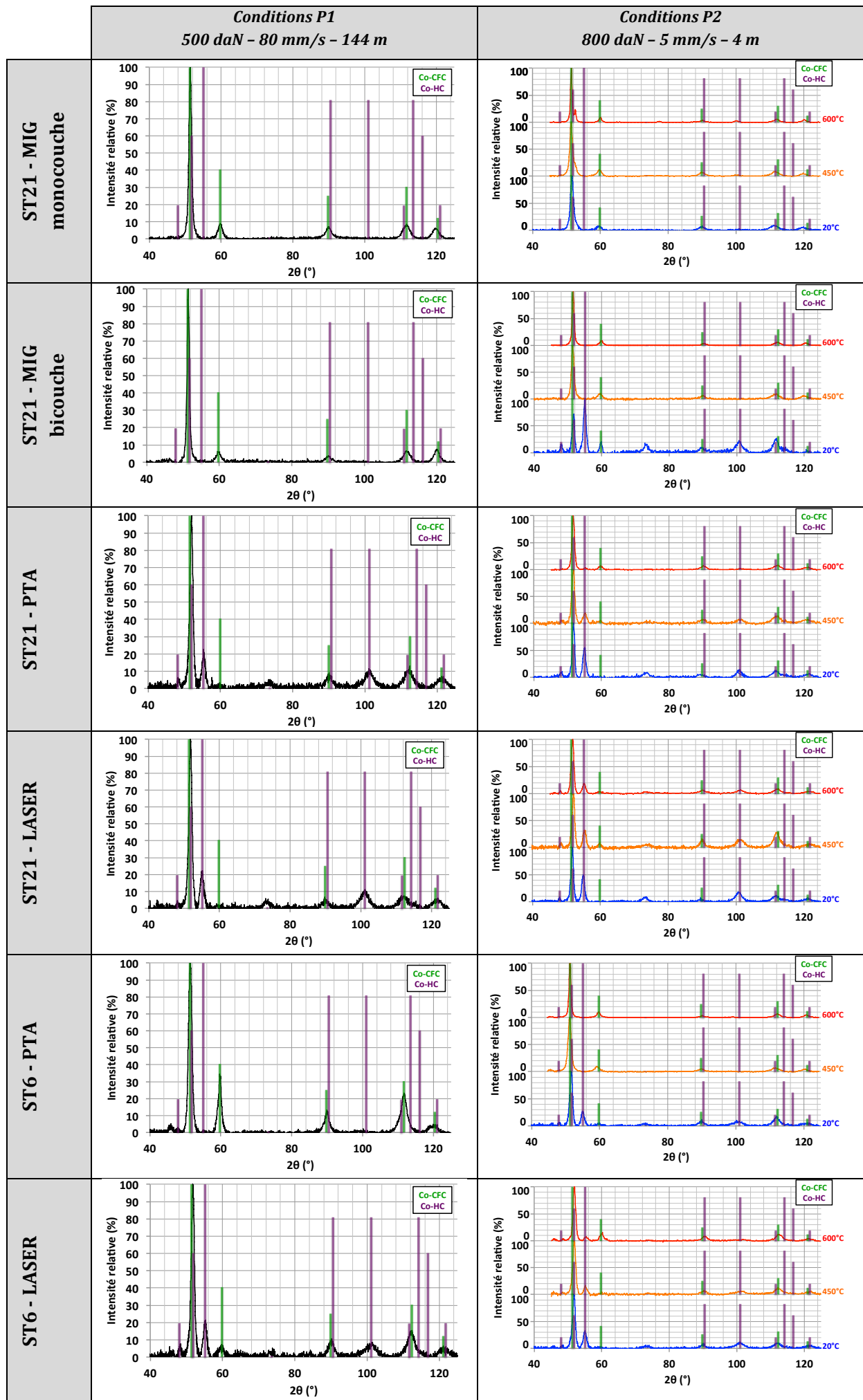


Figure 227 : Analyses de structure par DRX après essais tribologiques, en surface, dans la trace d'usure.

Ces analyses de structure par DRX mettent en évidence une transformation de phase CFC en HC qui peut ou non apparaître selon le couple matériau/procédé. Ce phénomène sera discuté de façon détaillée dans la partie « III-Discussion ».

## b. Orientation des grains

### • Analyses DRX en configuration $\theta/\theta$

Les diffractogrammes obtenus en configuration  $\theta/\theta$  ont montré des modifications de structures cristallographiques des rechargements sous sollicitations tribologiques (Chapitre 4-II.2.6-a). Ils montrent également des différences d'intensité relative entre les pics de diffraction obtenus après frottement avec ceux obtenus pour la structure initiale des rechargements ou encore avec ceux des fiches JCPDS du cobalt CFC ou HC. Ces différences d'intensité relative nous apporteront des informations sur l'orientation préférentielle des grains.

Pour les **rechargements qui gardent une structure CFC** après essai, nous avons calculé les intensités relatives des cinq premiers pics de diffraction associés aux plans {111}, {200}, {220}, {311}, {222} dans le cas :

- de la fiche JCPDS de référence du CFC (orientation isotrope),
- des rechargements à l'état initial,
- et des rechargements après essais tribologiques.

Les différences d'intensité relative observées entre le cas de la structure CFC isotrope (fiche JCPDS) et le cas des rechargements mettent en évidence des orientations préférentielles (Figure 228), du fait de la nette augmentation de l'intensité des pics associés à certains plans. Aussi, la comparaison de ces intensités relatives rappelle l'orientation préférentielle initiale des rechargements avec des plans {200} majoritairement parallèles à la surface (Chapitre 4-II.1.5) et montre des modifications importantes après essai où les plans majoritairement parallèles à la surface de frottement sont alors des plans {111}. Cette modification de l'orientation des grains sous sollicitation de frottement est attribuable à des mécanismes classiques de glissement de dislocations au cours de la déformation plastique des rechargements.

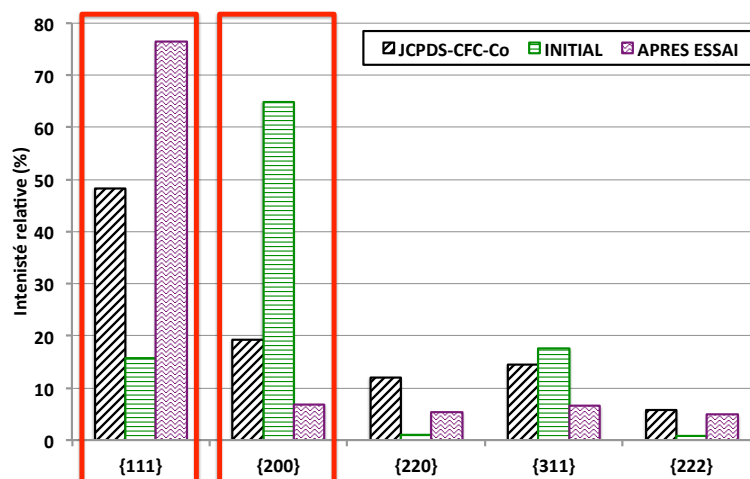


Figure 228 : Comparaison de l'intensité relative des pics de diffraction entre la fiche JCPDS de référence, le rechargement à l'état initial et le rechargement après essai tribologique (exemple du ST21-MIG monocouche, après essai selon la paramétrie P1).



Pour les **rechargements changeant de phase** sous sollicitations tribologiques, nous avons également calculé les intensités relatives des pics de diffraction de la structure HC pour le cas de la fiche JCPDS de référence et pour le cas du diffractogramme des surfaces de frottement (sur les cinq premiers pics associés aux plans  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$ ,  $\{10\bar{1}2\}$ ,  $\{11\bar{2}0\}$ ). Les différences d'intensité relative observées (Figure 229) montrent que les surfaces de frottement qui subissent une transformation de phase CFC en HC au cours des essais tribologiques présentent une orientation préférentielle des grains avec les plans de type  $\{0002\}$  majoritairement parallèles à la surface.

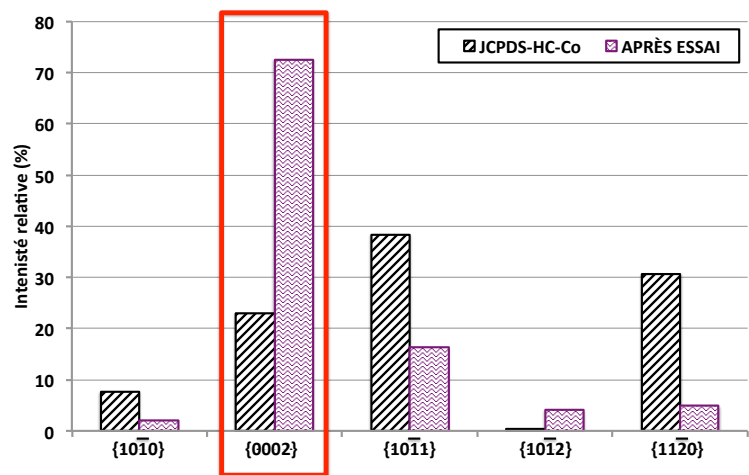


Figure 229 : Comparaison de l'intensité relative des pics de diffraction entre la fiche JCPDS de référence et le rechargement après essai tribologique (exemple du ST21-LASER, après essai selon la paramétrie P1).

Ces premiers résultats en DRX classique montrent l'évolution de l'orientation préférentielle des grains sous sollicitations de frottement. On peut noter que quelle que soit la phase présente en extrême surface après essai, CFC ou HC, l'orientation préférentielle concerne les plans de plus grande densité, respectivement  $\{111\}$ -CFC et  $\{0002\}$ -HC. Ces résultats ont été complétés par des mesures DRX de figures de pôles et par des mesures en EBSD. Les résultats obtenus par ces deux techniques, qui s'avèrent complémentaires, font l'objet des deux paragraphes suivants. Notons que les mesures de figures de pôles ont été faites uniquement sur le rechargement ST21-MIG monocouche et que les analyses EBSD se sont concentrées sur un rechargement ST21-LASER. En effet, les analyses de phases en DRX classique nous laissent supposer que l'on pourra généraliser à l'ensemble des rechargements les résultats de figures de pôles et d'EBSD. La seule différence pouvant être liée à des textures plus ou moins marquées selon le procédé utilisé.

- **Analyses DRX par mesures de figure de pôles**

Pour caractériser plus finement la réorientation des grains sous sollicitations tribologiques, des figures de pôles ont été réalisées pour les plans  $\{111\}$  et  $\{200\}$  de la structure CFC pour les rechargements qui restent CFC après essai et pour les plans  $\{0002\}$  et  $\{10\bar{1}1\}$  de la structure HC pour les rechargements qui changent de phase.

Pour les **rechargements ne changeant pas de phase (CFC)** au cours des essais, la Figure 230 compare l'orientation des plans  $\{111\}$  et  $\{200\}$  à l'état initial et après essais tribologiques (cas du rechargement ST21-MIG, paramétrie P1). Ces résultats confirment la réorientation des grains sous sollicitations tribologiques avec une orientation préférentielle des

plans {111} parallèles à la surface de frottement mais celle-ci est cependant moins marquée que l'orientation des plans {200} à l'état initial ( $I_{\max}\{200\}$  avant frottement = 10,6 //  $I_{\max}\{111\}$  après frottement = 3,4). Notons que les plans {111} ne sont pas strictement parallèles à la surface de frottement. En effet, on observe une distribution assez large de ces plans autour de l'intensité maximale.

Ces résultats indiquent également une orientation préférentielle des plans {200} après frottement avec une inclinaison de l'ordre de  $36^\circ$  par rapport à la surface de l'échantillon et selon la direction de glissement.

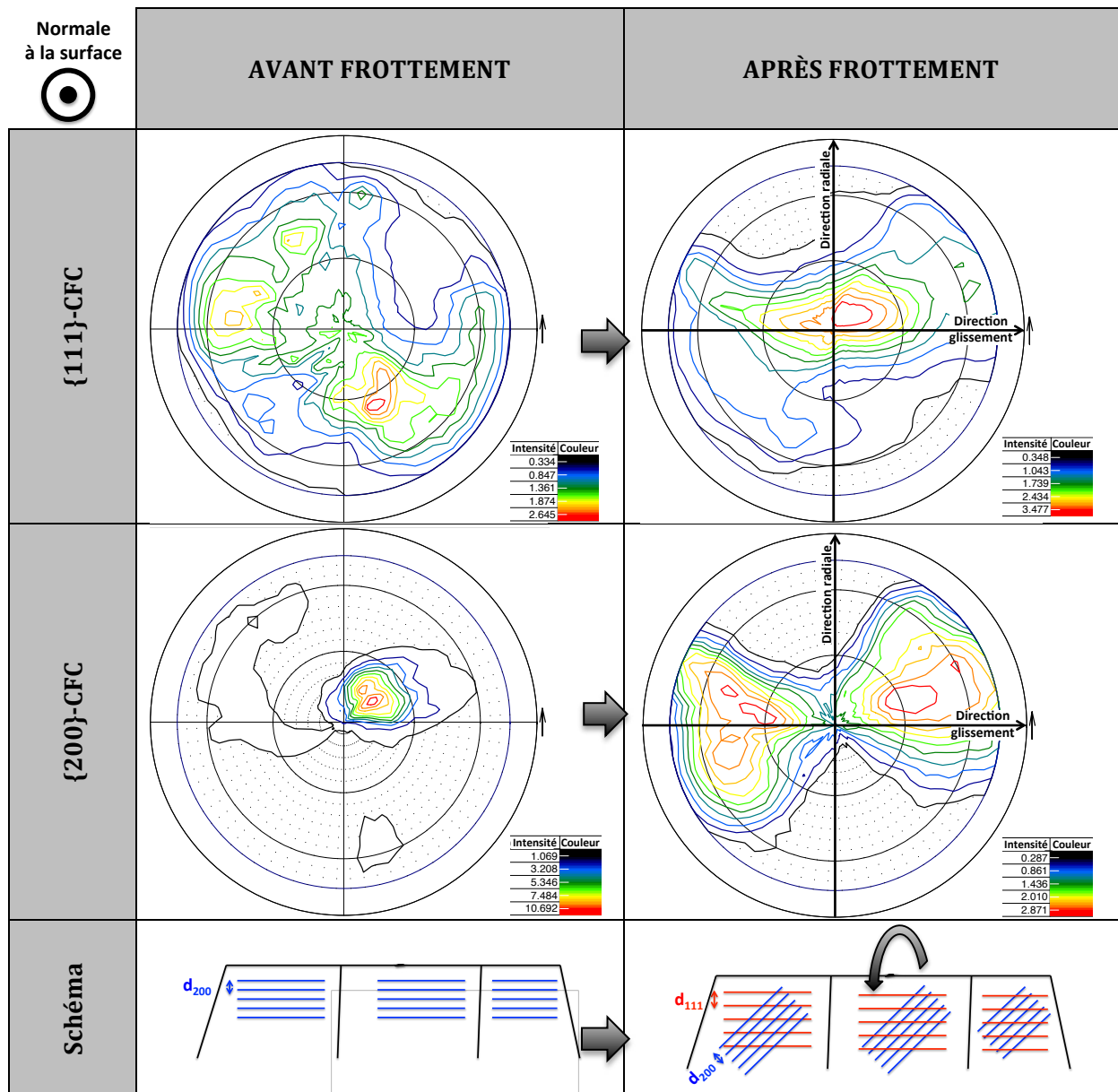


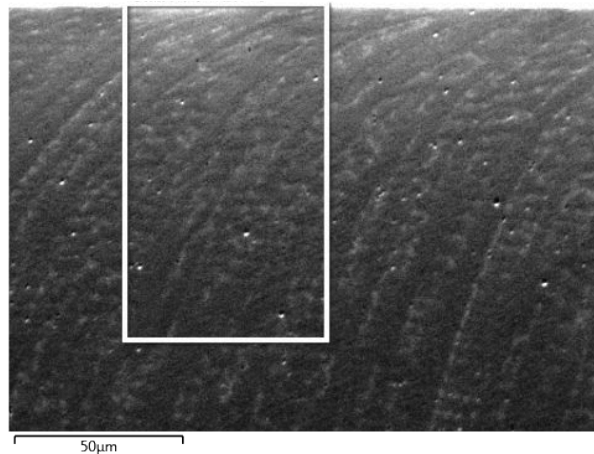
Figure 230 : Figures de pôles des plans {111} et {200} pour le Stellite 21 monocouche déposé par procédé MIG, avant et après essai tribologique selon la paramétrie P1 (en intensité normalisée : I).

Pour les rechargements subissant la transformation de phase (CFC en HC), il n'a pas été possible d'exploiter les figures de pôles obtenues car les largeurs de trace ne permettaient pas de localiser l'analyse uniquement sur la zone frottée. En effet, pour les rechargements déposés par des procédés autres que le procédé MIG, la largeur de trace d'usure est insuffisante et les résultats sont une moyenne entre les zones frottée et non frottée. De plus, il n'a pas été

possible d'utiliser un cache, comme cela a pu être fait pour les mesures d'analyse de phase, en raison des différentes inclinaisons de l'échantillon au cours de l'analyse : le cache aurait masqué la zone à analyser.

- **Analyses EBSD**

Des analyses par EBSD ont été réalisées sur un échantillon rechargé en Stellite 21 par procédé LASER après un essai tribologique selon la paramétrie P2-20 °C. La zone analysée est située en extrême surface de frottement, sur les 90 premiers micromètres (Figure 231).



**Figure 231 : Image MEB de la zone analysée par EBSD.**

#### Cartographie en contraste de bande et défauts

Les cartographies en contraste de bande sont basées sur la qualité des diagrammes de Kikuchi obtenus en chacun des points considérés. La qualité des diagrammes de Kikuchi (net/flou) est liée à la présence de défauts (tels que les dislocations, les défauts d'empilement, les joints de grains, ...) qui induisent des perturbations locales de la périodicité cristalline et entraînent donc un éloignement des conditions de Bragg. Ainsi, les cartographies de contraste de bande sont représentatives de la présence de défauts dans le matériau (plus il y a de défauts, plus la couleur est sombre). Pour le rechargement que nous avons investigué après essai tribologique, la cartographie en contraste de bande (Figure 232-a) révèle la présence d'une grande quantité de défauts qui entraîne d'importantes difficultés pour l'analyse de l'extrême surface malgré une préparation d'échantillon minutieuse. Dans notre cas, ces défauts sont clairement reliés à l'écroutissage intrinsèque du matériau. Ils induisent des difficultés d'indexation sur les 10 à 20 premiers micromètres sous la surface frottée (Figure 232-a), bien mises en évidence sur la courbe d'évolution du taux d'indexation en fonction de la profondeur (Figure 232-b) sur laquelle on note moins de 10 % d'indexation sur les 20 premiers micromètres. Ainsi, ce résultat démontre la forte présence de défauts en extrême surface du rechargement associée à un très fort écroutissage de la surface du rechargement sous sollicitations tribologiques.

Ces difficultés d'indexations EBSD en extrême surface montrent l'intérêt de la DRX classique qui permet de caractériser la structure cristallographique sur les 10 à 15 µm premiers micromètres sous la surface de frottement. Le couplage de ces deux techniques d'analyses, qui s'avèrent complémentaires, est donc nécessaire pour caractériser les sous-couches des rechargements après essais tribologiques. En particulier, la technique EBSD permet d'accéder au gradient local de phases en présence et d'orientation cristallographique que ne donnent pas la DRX. Ces deux points font l'objet des paragraphes suivants.

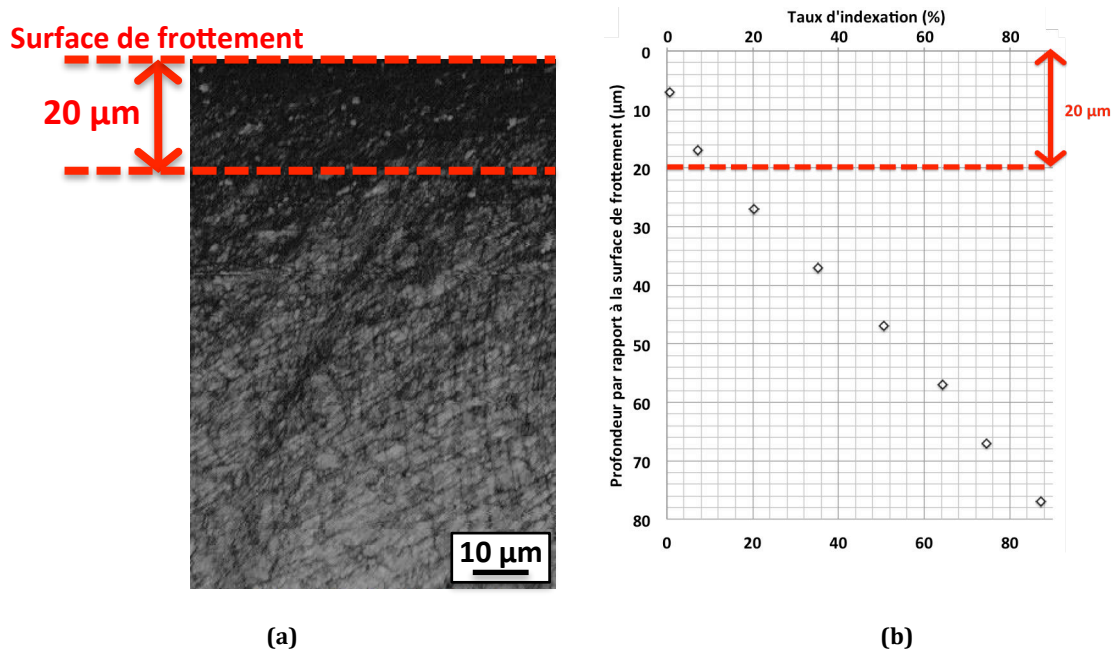
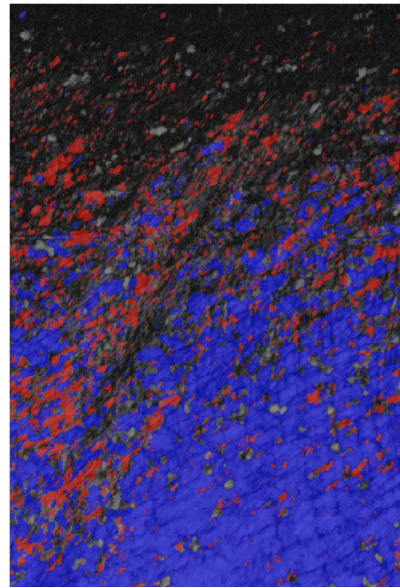


Figure 232 : Comparaison entre la cartographie EBSD en contraste de bande (a) et le taux d'indexation en fonction de la profondeur (b).

#### Cartographie en contraste de phase

La cartographie en contraste de phases (Figure 233) révèle la présence des structures CFC et HC et montre leur répartition dans la profondeur de l'échantillon (la couleur bleu code la phase CFC et la couleur rouge code la phase HC). Sur cette cartographie, un gradient de transformation de phase est observé sous les surfaces de glissement. Une estimation du pourcentage de transformation en fonction de la profondeur est présentée sur la Figure 234. Cette courbe d'évolution montre que la transformation de phase CFC en HC est quasiment totale (> 90 %) sur une épaisseur de l'ordre de 20 μm. Même si le taux d'indexation est extrêmement faible (Figure 232-b) dans cette zone des 20 premiers micromètres, on peut considérer, en s'appuyant sur les résultats de DRX classique, que ce pourcentage de transformation de phase est bien représentatif de la réalité. Au-delà, de 20 μm, une diminution progressive du pourcentage de phase HC est observée jusqu'à retrouver la structure CFC à partir d'une profondeur de l'ordre de 70 μm.



10 μm  
 Bleu : Co-CFC / Rouge : Co-HC

Figure 233 : Cartographie en contraste de phases.

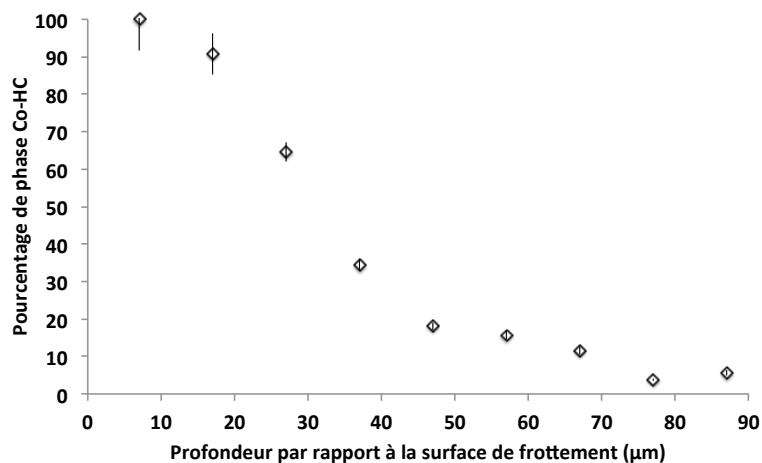


Figure 234 : Évolution du pourcentage de phase Co-HC en fonction de la profondeur.

#### Cartographie d'orientation cristallographique

Pour ces cartographies, les axes choisis sont les mêmes que les axes des images. L'axe X correspond donc à l'axe horizontal de l'image (direction de glissement), l'axe Y correspond à l'axe vertical (normal à la surface de frottement) et l'axe Z à l'axe normal à l'image (normal à la direction de glissement).

La cartographie d'orientation pour le cobalt CFC, codée en IPF-Y, est présentée sur la Figure 235. Elle montre que pour la phase CFC non transformée, sur les 90 premiers micromètres analysés sous la surface de frottement (Figure 235), les grains ont majoritairement leurs plans {200} (notés {001} dans l'IPF) parallèles à la surface et semblent se réorienter légèrement en extrême surface (vers une orientation des grains intermédiaires entre des plans {200} et {111} parallèles à la surface).

Notons qu'à partir des cartographies EBSD, une taille des grains approximative a été évaluée en considérant qu'une désorientation locale supérieure à 5° est un joint de grain. Or

dans notre cas, il semblerait que les désorientations maximales avoisinent  $4,5^\circ$ . Se pose donc la question du nombre de grains analysés, au moins au-delà de  $60\ \mu\text{m}$  de profondeur. Dans cette zone, on peut supposer que l'analyse « trop » locale ne se fait que sur un ou deux grains. Même si les résultats sont en accord avec ceux obtenus en DRX classique, il faut être critique vis à vis de leur représentativité. On peut aussi noter la présence de sous-structures en extrême surface (sur  $60\ \mu\text{m}$ ), sûrement liée à un début de réorganisation des dislocations en sous-joints voire en joints de grains, sous l'effet de la déformation plastique intense.

Les cartographies d'orientations pour le cobalt HC, selon les axes X, Y et Z de l'échantillon, sont présentées sur la Figure 236. Elles mettent en évidence que les grains HC présentent une orientation préférentielle selon les trois axes X, Y et Z. Ces grains semblent donc tous orientés de façon quasi-similaire par rapport à la sollicitation de frottement : les plans  $\{0002\}$  (notés  $\{001\}$  dans l'IPF) sont préférentiellement orientés parallèlement à la surface de frottement (Figure 236-IPF-Y) et les plans  $\{01\bar{1}0\}$  (notés  $\{010\}$  dans l'IPF) sont préférentiellement orientés perpendiculairement au frottement (Figure 236-IPF -Z). Ce résultat complète les résultats de DRX où les figures de pôles n'avaient pas pu être déterminées dans le cas de la transformation de phase CFC en HC.

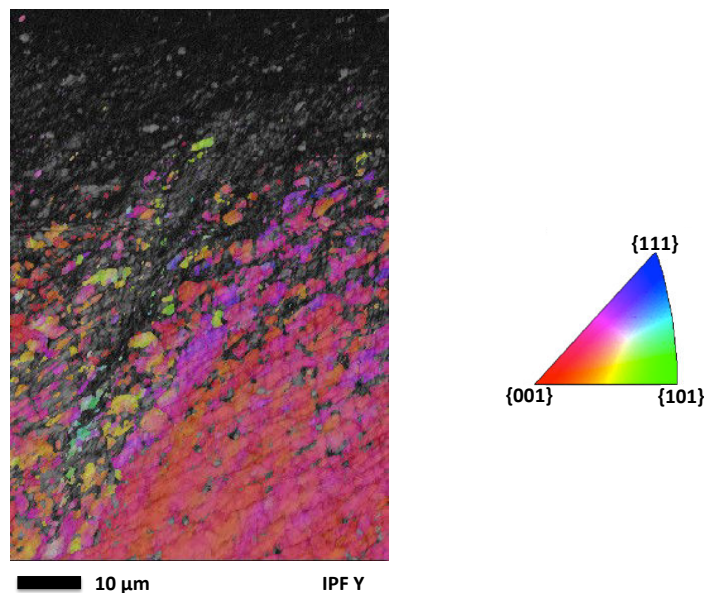
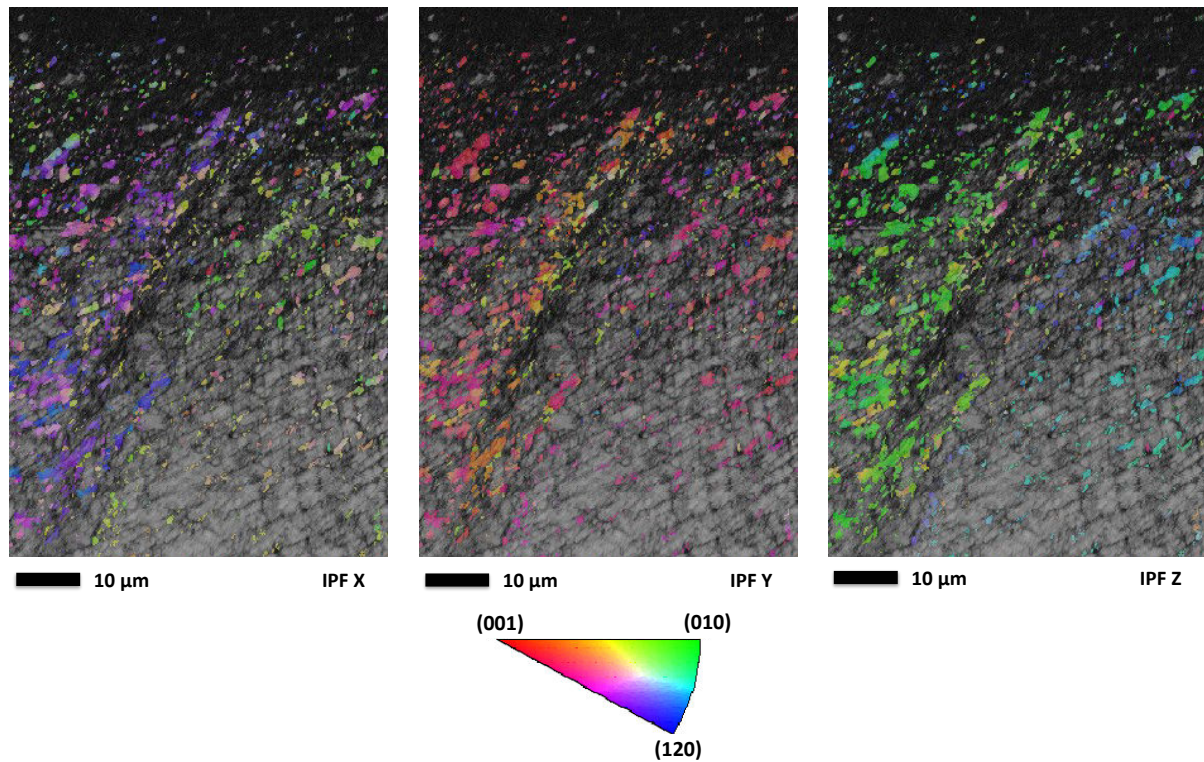


Figure 235 : Cartographie IPF-Y pour le Co-CFC.





**Figure 236 : Cartographies IPF pour la phase Co-HC.**

*Les résultats des essais tribologiques, présentés dans les paragraphes précédents, ont mis en évidence des évolutions particulières du coefficient de frottement, un écrouissage, une forte déformation plastique, des évolutions de textures ainsi que de la transformation de phase CFC en HC. Des différences ont été observées entre les rechargements, et selon les conditions d'essais tribologiques.*

*Dans la prochaine partie « III-Discussion », nous nous proposons de discuter et de lier les résultats des essais tribologiques afin d'éclaircir les mécanismes de plasticité intervenant pour les différents couples matériau/procédé. L'idée étant de proposer des voies pour améliorer la durée de vie des matrices.*



### III. Discussion

Tout d'abord, les relations entre la transformation de phase et les éléments d'alliage seront discutées et ensuite liées, dans une deuxième partie, aux évolutions de coefficient de frottement. L'impact de ces observations sur les mécanismes de déformation plastique et sur les niveaux de dureté sera présenté dans une troisième partie.

#### 1. Éléments d'alliage dans les rechargements et transformation de phase CFC en HC

Dans un rechargement base cobalt, nous considérerons que la stabilité des phases dépend de deux paramètres qui sont interdépendants :

- l'énergie de défauts d'empilement (EDE),
- la température de transformation de phase.

Initialement, du fait d'une solidification hors équilibre, les rechargements ont une structure CFC, mais celle-ci est instable. La littérature s'appuie sur les estimations de l'EDE pour justifier la transformation de phase CFC en HC produite sous certaines sollicitations mécaniques. Cependant ces valeurs d'EDE sont très difficiles à déterminer et nous verrons que la température de transformation de phase CFC/HC s'avèrera être une propriété des rechargements quantifiable et pertinente pour décrire l'ensemble de nos résultats tribologiques.

Les différents éléments d'alliage dans le rechargement induisent des variations de l'EDE et par la même la stabilisation d'une des deux phases CFC ou HC, respectivement par l'augmentation ou la diminution de l'EDE. Parallèlement, les éléments d'alliage augmentent ou diminuent la température de transformation de phase. Ainsi, selon la littérature [DEMO97] :

- Cr, Mo, W et Si diminuent l'EDE et augmentent la température de transformation et donc augmentent le domaine de stabilité de la phase HC,
- Fe, C, Ni, Mn augmentent l'EDE et diminuent la température de transformation et donc augmentent le domaine de stabilité de la phase CFC (et diminuent le domaine de stabilité de la phase HC).

Dans les Stellites grade 21 et grade 6, le principal élément d'alliage est le chrome (Tableau 34) et l'effet de cet élément est de diminuer l'EDE et d'augmenter ainsi la température de transformation CFC/HC.

En raison des procédés de rechargement, et notamment des énergies linéaires de soudage mises en jeu, nos rechargements Stellites grade 21 et grade 6, ont des compositions chimiques qui diffèrent de celles de la composition nominale du matériau d'apport (sous forme de fil ou de poudre) (Tableau 34). Plus particulièrement, les éléments fer et carbone jouent un rôle très important sur la stabilité relative des phases dans les Stellites.

	Co	Cr	Mo	W	Ni	Mn	Fe	Si	C
<b>STELLITE 21</b>	<b>STELLITE 21</b>								
<b>MATÉRIAU D'APPORT FIL</b>	<b>56,0</b>	<b>30,3</b>	<b>2,9</b>	-	<b>2,3</b>	<b>1,0</b>	<b>3,5</b>	<b>2,6</b>	<b>1,3</b>
ST21-MIG_MONOCOUCHE	34,9	20,6	1,7	-	2,9	1,2	36,9	1,8	
ST21-MIG_BICOUCHE	47,5	25,4	2,3	-	3,6	1,2	18,1	1,7	
<b>MATÉRIAU D'APPORT POUVRE</b>	<b>61,5</b>	<b>29,2</b>	<b>3,3</b>	-	<b>2,3</b>	<b>0,6</b>	<b>0,1</b>	<b>1,8</b>	<b>1,3</b>
ST21-PTA	59,5	27,6	2,7	-	3,1	0,4	5,5	1,3	
ST21-LASER	62,8	29,4	2,7	-	2,4	0,8	0,6	1,8	
<b>STELLITE 6</b>	<b>STELLITE 6</b>								
<b>MATÉRIAU D'APPORT POUVRE</b>	<b>59,3</b>	<b>30,5</b>	-	<b>1,3</b>	<b>0,7</b>	-	<b>0,6</b>	<b>2,2</b>	<b>5,5</b>
ST6-PTA	55,1	27,0	0,2	1,2	1,2	0,6	13,9	0,8	
ST6-LASER	63,9	27,8	0,7	5,0	1,4	0,6	0,7	-	

Tableau 34 : Composition chimique (%at) des matériaux d'apport et composition chimique moyenne après rechargement, dans la couche sollicitée en frottement.

### 1. 1. Éléments d'alliage et EDE

En première approche, le raisonnement sur les mécanismes de plasticité induits par la sollicitation tribologique s'appuiera sur l'EDE, estimée en fonction des teneurs en fer de nos différents rechargements.

Pour les rechargements **ST21-MIG monocouche**, l'EDE est considérée comme **élevée** du fait de la **forte teneur en fer (> 30 %mass)**. Ainsi, la dissociation des dislocations en partielles n'est pas favorisée, il y a donc possibilité de glissement dévié des dislocations en plus du mécanisme classique de leur glissement planaire. Sous sollicitations tribologiques, la déformation plastique devrait donc se faire sans changement de phase.

L'EDE peut être considérée comme **faible** pour les rechargements **ST21-PTA**, **ST21-LASER** et **ST6-LASER** car la **teneur en fer** est de l'ordre de **6 %mass** pour le ST21-PTA et est **inférieure à 1 %mass** pour les rechargements LASER. Ceci signifie que la dissociation des dislocations en partielles est favorisée, conduisant à des défauts d'empilement, et sous sollicitations tribologiques, la déformation plastique pourra induire la transformation de phase CFC en HC.

Enfin pour les rechargements **ST6-PTA** et **ST21-MIG bicouche**, nous aurions une **EDE intermédiaire** car les teneurs en fer sont respectivement **13 %mass** et **18 %mass**. Dans ces deux derniers cas, il est difficile d'anticiper le rôle de l'EDE qui conditionne les mécanismes de déformation plastique activés.

Ainsi, pour identifier les mécanismes de déformation plastique susceptibles d'être activés pour les rechargements dont l'EDE est intermédiaire, il s'avère plus pertinent de raisonner directement sur la température de transformation de phase CFC/HC.

### 1. 2. Éléments d'alliage et température de transformation de phase CFC/HC

Nous avons calculé les températures de transformation CFC/HC ( $T_{CFC/HC}$ ) de nos rechargements, en fonction de leurs teneurs en éléments d'alliage (Tableau 34). Ce calcul a été réalisé, selon l'Équation 19, en posant les hypothèses fortes (i) de raisonner sur la composition globale des rechargements (indépendamment des éléments liés aux carbures) et (ii) que la variation de la température de transformation CFC/HC par rapport à celle du cobalt pur ( $T_{Co}$ ) est linéaire avec le pourcentage atomique en éléments d'alliage ( $a_i$ ), d'après les valeurs de variation de température en fonction de l'ajout d'1 %at d'élément ( $\tau_i$ ) données par Sims [SIMS87] (Figure 34). Les températures de transformation CFC/HC ainsi estimées et présentées dans le Tableau 35 sont minimisées (elles correspondent aux valeurs minimales de la stabilité de la phase HC).

De la même façon, la Figure 237 schématise les domaines de stabilité des phases CFC et HC pour l'ensemble des couples matériau/procédé.

$T_{CFC/HC} = T_{Co} + \sum_i a_i \times \tau_i$	$T_{CFC/HC}$ : température de transformation CFC/HC de l'alliage considéré $T_{Co}$ : température de transformation CFC/HC pour le cobalt pur (419 °C) $a_i$ : pourcentage atomique en élément i $\tau_i$ : variation de température lors de l'ajout d'1 %at de l'élément i
--	--

Équation 19 : Formule développée pour le calcul de la température de transformation de phase CFC/HC pour les rechargements Stellite.

Rechargement	ST21 MIG monocouche	ST21 MIG bicouche	ST21 PTA	ST21 LASER	ST6 PTA	ST6 LASER
Température de transformation (°C)	« - 882 »	251	1001	1337	350	1183

Tableau 35 : Températures de transformation CFC/HC calculées pour les différents rechargements.

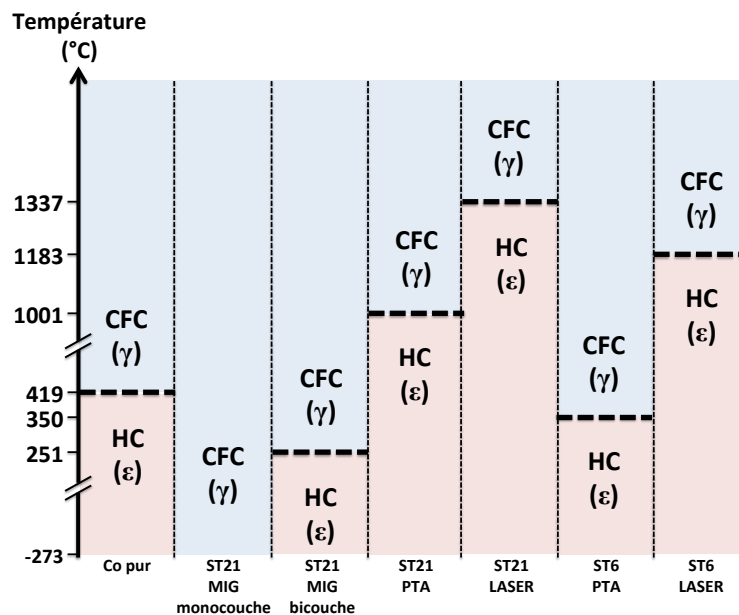


Figure 237 : Domaines de stabilité des phases CFC ( $\gamma$ ) et HC ( $\epsilon$ ) dans les rechargements, selon leur température de transformation de phase.

Ainsi, dans le cas du rechargement **ST21-MIG monocouche**, la **température de transformation** calculée (« -882 °C ») est **inférieure au zéro absolu**. Ceci signifie que la phase CFC doit être stable quelle que soit la température des essais tribologiques (20 °C, 450 °C ou 600 °C).

Pour les rechargements **ST21-MIG bicouche** et **ST6-PTA**, la structure CFC n'est stable qu'au-dessus de températures respectivement égales à **251 °C** et **350 °C**, la transformation de phase CFC en HC est possible en deçà. Autrement dit, si la sollicitation tribologique et/ou la température d'essai induisent des températures de surface supérieures à ces températures, la transformation CFC en HC ne pourra pas se faire, car la phase CFC est considérée comme stable.

Enfin, pour les rechargements **ST21-PTA**, **ST21-LASER** et **ST6-LASER**, les **températures de transformation** sont **très élevées** (> 1000 °C). Ceci signifie que la transformation de phase CFC en HC par déformation plastique devrait être favorisée pour toutes

nos températures d'essais (20 °C, 450 °C et 600 °C) car la phase CFC sera très fortement instable pour ces niveaux de température.

En conclusion, notons que les éléments d'alliage ont un impact sur la température de transformation CFC/HC et donc sur les domaines de stabilité des phases CFC et HC.

## 2. Évolution du coefficient de frottement et transformation de phase CFC en HC

Au regard de nos résultats d'essais tribologiques et plus particulièrement des résultats de coefficient de frottement (Figure 207) et des résultats de DRX (Figure 227), nous avons pu constater une relation directe entre l'évolution du coefficient de frottement et la transformation de phase CFC en HC.

De manière générale, si le coefficient de frottement est stable sur toute la durée de l'essai il n'y a pas de transformation de phase, la phase CFC est conservée. S'il y a chute du coefficient de frottement, il y a transformation de phase CFC en HC (Tableau 36).

On peut également observer que pour un même rechargement, la transformation de phase CFC en HC ne se produit que pour certaines conditions d'essais tribologiques.

Pour expliquer ces résultats, nous utiliserons le paramètre « température de transformation de phase CFC/HC » qui détermine la stabilité des phases en fonction de la température des essais tribologiques et donc indirectement les mécanismes de déformation plastique pouvant être activés (glissement des dislocations parfaites et/ou transformation de phase).

	ST21 MIG monocouche		ST21 MIG bicouche		ST21 PTA		ST21 LASER		ST6 PTA		ST6 LASER	
	COF	DRX	COF	DRX	COF	DRX	COF	DRX	COF	DRX	COF	DRX
P1-20 °C (*)	→	CFC	→	CFC	↘	HC	↘	HC	→	CFC	↘	HC
P2-20 °C	→	CFC	↘	HC	↘	HC	↘	HC	↘	HC	↘	HC
P2-450 °C	→	CFC	→	CFC	↘	HC	↘	HC	→	CFC	↘	HC
P2-600 °C	→	CFC	→	CFC	↘	HC	↘	HC	→	CFC	↘	HC

(\*) considéré à haute température (> 300 °C), paramétrie « grande vitesse ».

**Tableau 36 : Comparaison entre l'évolution du coefficient de frottement (COF : → stable sur la durée de l'essai, ↘ chute au cours de l'essai) et la phase présente en extrême surface en fin d'essai (DRX : CFC ou HC) pour les différents rechargements et les différentes conditions d'essais.**

Les rechargements ne présentant pas de chute du coefficient de frottement sur toute la durée d'essai (état stationnaire), ne présentent pas de transformation de phase. C'est le cas du rechargement **ST21-MIG monocouche** pour lequel quelles que soient les conditions d'essais (P1 ou P2) ce rechargement reste CFC. Ce rechargement présente une teneur en fer très élevée (> 30 %mass) et une température de transformation de phase calculée de « -882 °C », ainsi, quelle que soit la température de sollicitation, la phase CFC est stable. Le mécanisme de déformation activé sera préférentiellement le glissement de dislocations parfaites.

Certains rechargements ne présentent pas de chute du coefficient de frottement uniquement pour les essais dits à haute température. On parle d'essais dits « haute température », pour le cas de la paramétrie P1 où l'élévation de la température de contact est



supérieure à 300 °C et le cas de la paramétrie P2 à 450 °C et 600 °C. Pour ces paramétries, les rechargements **ST21-MIG bicouche** et **ST6-PTA** ne présentent pas de transformation de phase, après essais, ils restent CFC. Par contre, ils présentent une transformation de phase CFC en HC pour la paramétrie P2-20 °C où l'augmentation de température de contact est inférieure à 50 °C.

Pour ces deux rechargements, la température de transformation de phase CFC/HC du fait de leur teneur en fer (respectivement  $\approx 18$  %mass et  $\approx 13$  %mass) et de leur teneur en éléments d'alliage a été abaissée à 251 °C pour le ST21-MIG bicouche et à 350 °C pour le ST6-PTA (Tableau 35). Ceci signifie que la phase CFC est stable au dessus de leur température de transformation respective (Figure 237) et que pour les essais tribologiques dits "haute température", les niveaux de température atteints dans le contact sont tels qu'ils stabilisent la phase CFC et que le mécanisme de déformation plastique sous sollicitations de frottement ne conduit pas à la transformation de phase, mais au seul glissement des dislocations.

Sous sollicitations de frottement en dessous de leur température de transition, ce qui est le cas de la paramétrie P2-20 °C, les mécanismes de déformation plastique induisent le mouvement des dislocations parfaites et la transformation de phase. Nous verrons dans la suite de la discussion qu'un seuil d'écroûissage limite est nécessaire pour initier la transformation de phase selon le rechargement.

Certains rechargements présentent une chute du coefficient de frottement, plus ou moins retardée dans le temps et associée en fin d'essai à une transformation de phase CFC en HC pour toutes nos paramétries d'essais P1 et P2. C'est le cas des rechargements **ST21-PTA**, **ST21-LASER** et **ST6 LASER**. La teneur massique en fer dans ces rechargements est faible pour le rechargement ST21-PTA ( $\approx 5$  %mass) et très faible pour les rechargements ST21-LASER et ST6 LASER ( $< 1$  %mass). Associée aux autres éléments d'alliage, la température de transformation de phase pour ces trois rechargements est supérieure à 1000 °C, la phase CFC est donc métastable en dessous de cette température. En plus du mécanisme de glissement des dislocations parfaites, le mécanisme de déformation plastique qui peut être permis dans ce cas sera la transformation de la phase CFC métastable en HC stable.

La littérature tient essentiellement compte de la teneur en fer dans les rechargements pour expliquer le mécanisme de déformation plastique par changement de phase. Les résultats de cette étude montrent qu'il faut évaluer la température de transformation de phase plus que la teneur en fer pour établir ou pas si le mécanisme de déformation plastique peut permettre ou non la transformation de phase. Si la teneur en fer est importante, la teneur en carbone est loin d'être négligeable car une faible variation de teneur en carbone modifie la température de quelques centaines de degrés et ainsi peut modifier les résultats attendus.

Pour le ST6-LASER, nous avons effectivement en fin d'essai une transformation de phase CFC en HC, mais celle-ci n'est pas instantanée pour P2-20 °C, et ceci a été vérifié sur deux essais ainsi que sur des essais dits interrompus dont nous parlerons dans le prochain paragraphe. La température de transformation de cet alliage est très élevée ce qui, dans notre raisonnement, doit conduire à une chute quasi-instantanée du coefficient de frottement quelle que soit la paramétrie. Il s'avère que pour les paramétries P2-450 °C et P2-600 °C ceci est le cas, contrairement à la paramétrie P2-20 °C qui nécessite une certaine distance de glissement avant de permettre la transformation de phase (Figure 238).

Nous posons l'hypothèse que cette transformation de phase, par déformation plastique, n'est possible que si la matrice a la possibilité de se déformer plastiquement. Dans le cas du ST6-

LASER, nous supposons que la déformation plastique est « bloquée », il y aurait donc peu de déformation plastique en début d'essai. Ceci pourrait être dû à une quantité de carbures interdendritiques importante associée à une microstructure fine (cas des ST6-LASER) qui créent un réseau de carbures « gagnant mécaniquement » la matrice. Les carbures sont alors une barrière physique à la déformation par cisaillement. La matrice sera gênée pour s'écouler plastiquement et nécessitera une durée d'essai plus importante pour observer la transformation de phase. C'est-à-dire qu'il ne faut pas plus d'accumulation de déformation plastique pour transformer la phase CFC en HC dans le cas du Stellite 6 que dans les autres rechargements, mais il faut juste que la déformation plastique puisse s'initier.

Cette hypothèse est étayée par le fait que les volumes d'usure du ST6-LASER sont de loin les plus faibles de tous les essais effectués. Ainsi, ceci pourrait corroborer que s'il n'y a pas de déformation plastique, il y a peu de formation de particules d'usure et donc un endommagement plus faible. Pour les essais en température (P2-450 °C et P2-600 °C), l'effet de la température permet au rechargement de se déformer plastiquement dès l'engagement de l'essai et ainsi d'activer le mécanisme de transformation de phase : la chute du coefficient de frottement est donc immédiate, et le mécanisme de transformation est thermomécaniquement activé.

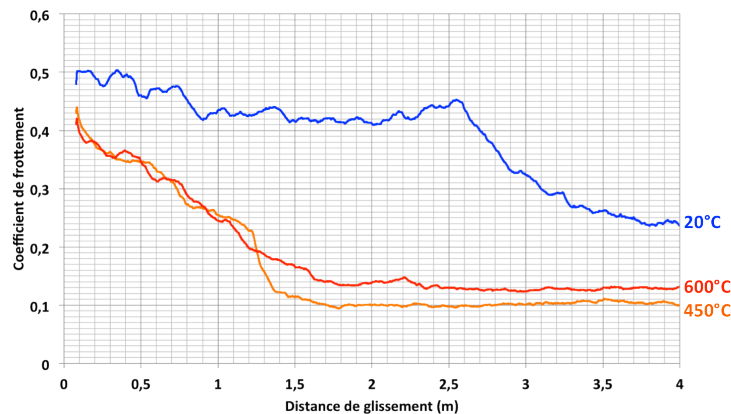


Figure 238 : Évolution du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement dans le cas du rechargement ST6-LASER pour la paramétrie P2 à 20°C, 450°C et 600°C.

## 2. 1. Coefficient de frottement et phases en présence

En complément aux précédents essais, des essais interrompus avec la paramétrie P2-20 °C, ont été engagés pour le rechargement ST6-LASER. Ce dernier présente justement un retard à la transformation de phase, et ces essais interrompus ont permis d'évaluer l'évolution du coefficient de frottement en fonction du pourcentage de phase HC transformée (Figure 239). L'effort résistant au mouvement, qui est traduit par le coefficient de frottement, diminue lorsque le taux de phase HC augmente. Quand la structure est majoritairement CFC, le coefficient de frottement est élevé et compris entre 0,4 et 0,5 (Figure 239). Quand il y a transformation quasi-totale de la phase CFC en HC, le coefficient de frottement est de l'ordre de 0,2 (Figure 239). Le coefficient de frottement de la « phase HC » est donc plus faible que le coefficient de frottement de la « phase CFC ».

Ce résultat a été observé par Buckley et Johnson [BUCK68] dans le cas du cobalt pur, lors d'essais de frottement Co-pur sur Co-pur sous vide, où ils ont montré que le coefficient de frottement est plus faible lorsque le cobalt est de structure HC que lorsqu'il est de structure CFC. De manière générale, on estime que l'adhésion des matériaux purs de structure CFC est plus importante que celle des matériaux de structure HC car le nombre de systèmes de glissement est

plus élevé dans le CFC. La surface est alors plus réactive sous sollicitations tribologiques, du fait de la création d'un nombre plus important de marches de plans de glissement en surface, augmentant ainsi le frottement.

Nos résultats permettent d'étendre aux alliages base cobalt de type Stellites les observations faites par Buckley et Johnson pour le cas du cobalt pur.

On peut noter que le coefficient de frottement se stabilise à partir du moment où la structure est 100 % HC (en extrême surface).

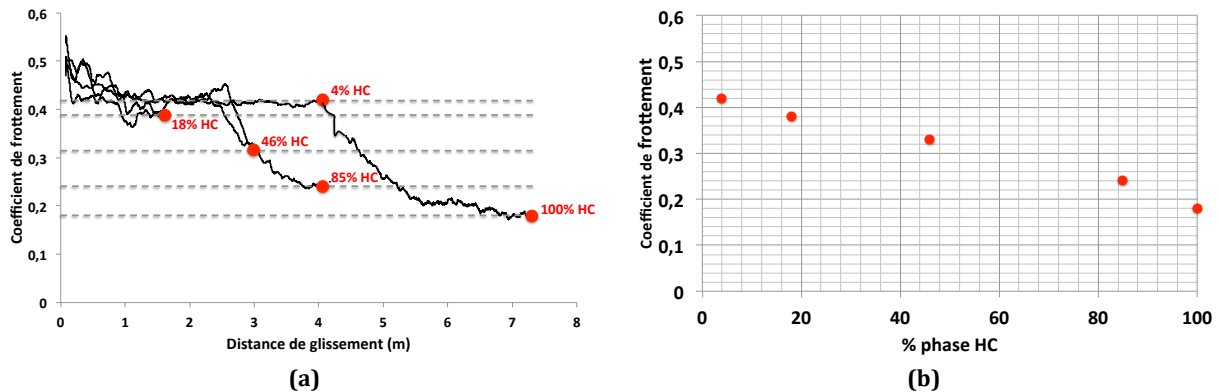


Figure 239 : Essais « interrompus » : (a) Évolution du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement et pourcentage de phase HC en fin d'essai et (b) Évolution du coefficient de frottement atteint en fin d'essai en fonction du pourcentage de phase HC obtenu en fin d'essai (exemple du ST6-LASER avec la paramétrie P2-20 °C).

## 2. 2. Coefficient de frottement, température d'essai et phases en fin d'essai

En complément des informations que donnent les évolutions et la valeur moyenne du coefficient de frottement, on observe un effet de la nature des phases en fonction de la température d'essai sur le coefficient de frottement « stabilisé », mesuré en fin d'essai (Figure 207, Figure 240).

Dans le cas où le **coefficient de frottement reste stable** (pas de changement de phase CFC en HC), le coefficient de frottement en fin d'essai est plus élevé à haute température ( $\approx 0,35$ ) qu'à la température ambiante ( $\approx 0,25$ ). Ainsi, la structure CFC « glisse » mieux à basse température qu'à haute température.

Dans le cas où il y a une **chute du coefficient de frottement** (transformation de phase CFC en HC), le coefficient de frottement à la température ambiante ( $\approx 0,20$ ) est légèrement supérieur au coefficient de frottement à haute température ( $\approx 0,15$ ). Ainsi, la structure HC « glisse » mieux à haute température qu'à basse température. Cependant, l'influence de la température est moins marquée que pour la structure CFC.

Si on trace la courbe d'évolution du coefficient de frottement et le changement de phase, on peut observer que pour des essais à la température ambiante, la phase dans laquelle se trouvent les rechargements (CFC ou HC) impacte peu la valeur du coefficient de frottement. Par contre, pour des essais à haute température, le coefficient de frottement est nettement plus important lorsque la structure reste CFC ( $\approx 0,35$ ) que lorsque la transformation CFC en HC s'opère ( $\approx 0,15$ ). Ceci revient à dire qu'à haute température, la phase HC « glisse mieux » que la phase CFC. Dans le cas de l'application industrielle sous-jacente, les rechargements sont destinés à travailler à chaud, ainsi, on va favoriser un rechargement qui ait une structure HC (transformation CFC en HC favorisée).

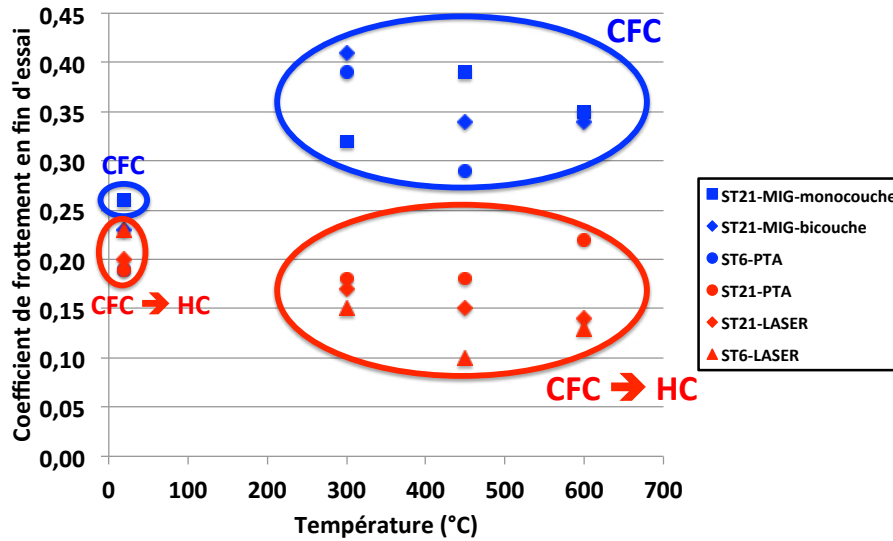


Figure 240 : Coefficient de frottement en fin d'essai en fonction de la température.

### 2. 3. Coefficient de frottement et orientation cristallographique en surface

Indépendamment de l'effet du changement de phase, nous pouvons noter que l'orientation préférentielle des grains n'a pas d'influence sur le coefficient de frottement. En effet, pour les rechargements où il n'y a pas changement de phase, le coefficient de frottement est stationnaire malgré une forte orientation préférentielle des grains avec les plans de plus grande densité parallèles à la surface de frottement (exemple du ST21-MIG monocouche). Le coefficient de frottement est donc essentiellement sensible à la transformation de phase.

*En conclusion, on peut affirmer que le coefficient de frottement s'est avéré être un marqueur très pertinent et fiable sur l'aptitude d'un rechargement à transformer sa phase initiale CFC en HC sous sollicitations tribologiques. En effet, dès que la transformation de phase débute, le moyen d'essai tribologique perçoit une diminution du coefficient de frottement.*

### 3. Évolution de dureté et déformation plastique

Dans tous les rechargements étudiés, un écrouissage des surfaces et sous surfaces de frottement est constaté après essai tribologique. Les variations de dureté et de taux d'écrouissage, à quelques exceptions près, mettent en évidence que les taux d'écrouissage sont proches quelle que soit la paramétrie d'essai. Quand on parle d'écrouissage, on parle de multiplication et blocage des dislocations sous l'effet de la sollicitation. Ce qui permet de dire que le mécanisme de glissement des dislocations existe toujours en préalable, en simultané et/ou consécutivement au mécanisme de déformation plastique par transformation de phase. N'ayant pas accès à la densité de dislocation ou au taux de déformation plastique, on utilise la dureté comme marqueur du niveau d'écrouissage.

### 3. 1. Couplage taux d'écroissage et taux de transformation de phase

Le **ST21-MIG monocouche**, qui ne se transforme pas et reste donc CFC quelles que soient les conditions d'essai, présente un taux d'écroissage de l'ordre de 90 %. Son seul mécanisme de déformation est le mouvement de dislocations parfaites et celui-ci est facilité dans une structure qui possède un grand nombre de systèmes de glissement.

Le **ST21-MIG bicouche** ne se transforme que pour la paramétrie P2-20 °C et reste CFC pour toutes les autres paramétries. Les valeurs de dureté ont montré alors un taux d'écroissage plus faible lorsqu'il change de phase (57 %) et des taux d'écroissage plus élevés lorsque sa structure reste CFC (82 %). Fort de ce constat, si on regarde l'ensemble des résultats, on peut dégager une tendance entre le taux de changement de phase et le taux d'écroissage sous sollicitations tribologiques (Figure 241).

De plus, comme présenté sur la Figure 242 :

- le **taux d'écroissage** est **important (> 80 %)** si on **reste CFC** : le mécanisme identifié est le glissement et l'enchevêtrement des dislocations.
- le **taux d'écroissage** est compris **entre 50 % et 60 %** quand il y a **transformation de phase CFC en HC** au cours de l'essai tribologique. La transformation de phase n'étant pas un mécanisme instantané, il y a coexistence des phases CFC et HC tant que la transformation n'est pas totale. Les mécanismes de déformation plastique qui peuvent être identifiés sont alors un mécanisme de glissement des dislocations dans la phase CFC, la transformation de phase CFC en HC, plus un possible mécanisme de glissement des dislocations dans la phase HC (ou bien un maclage du fait du faible nombre de systèmes de glissement).
- le **taux d'écroissage est très faible, inférieur à 40 %**, pour le rechargement ST6-LASER qui avait déjà attiré notre attention sur son comportement car il présentait un **retard au changement de phase**. On avait alors déjà constaté qu'il semblait présenter une faible déformation plastique pendant la période où il restait CFC. Cette faible déformation plastique est confirmée par les essais interrompus pour lesquels il nous a été permis de tracer l'évolution du taux d'écroissage en fonction du pourcentage de phase HC (Figure 241) et donc de phase CFC ( $\% \text{ phase CFC} = 100 - \% \text{ phase HC}$ ). Ainsi, le mécanisme de déformation par glissement des dislocations est certes présent mais peu activé.

Ces résultats montrent que l'écroissage dans un HC est plus faible que l'écroissage dans un CFC, puisqu'à partir de 85 % de phase HC, le taux d'écroissage est à son maximum (de l'ordre de 40 %) comparativement aux 92 % de la phase CFC (Figure 241).

Quand la limite d'écroissage en extrême surface est atteinte, on constate à partir des mesures de figures de pôles par DRX qu'il y a orientation préférentielle des grains, quelle que soit la phase présente dans cette zone (CFC ou HC) et quelle que soit la paramétrie d'essai. On peut alors émettre l'hypothèse que la stabilisation de l'écroissage est liée à la stabilisation de la microstructure, avec l'activation de mécanismes de plasticité plutôt de type « haute température » (montée des dislocations, glissement aux joints de grains). Ces derniers contribueraient donc à accommoder le cisaillement à l'interface une fois que l'écroissage a atteint sa valeur limite.

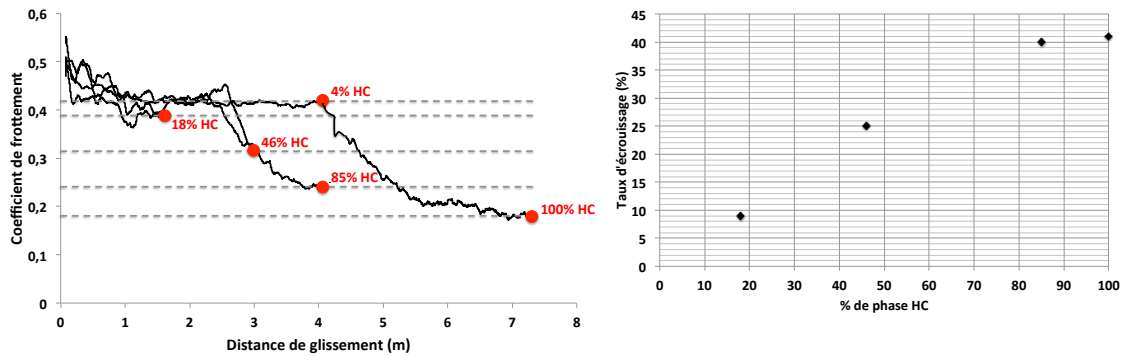


Figure 241 : Évolution du taux d'écroissage en fonction du pourcentage de phase HC obtenu par essais « interrompus » : (a) Évolution du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement et pourcentage de phase HC en fin d'essai et (b) Évolution du taux d'écroissage atteint en fin d'essai (à 30 μm de la surface) en fonction du pourcentage de phase HC obtenu en fin d'essai (exemple du ST6-LASER avec la paramétrie P2-20 °C).

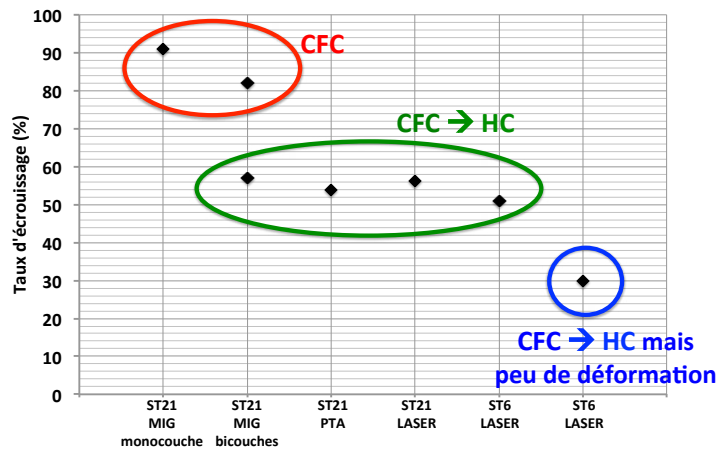


Figure 242 : Tendances du taux d'écroissage en fonction de la nature des différents rechargements.

En complément, on a pu constater que les rechargements ne changent pas de phase lors des essais de traction simple, ils restent CFC et leur allongement à la rupture ne dépasse pas 18 % pour ceux qui sont susceptibles de changer de phase et 30 % pour les ST21-MIG. En remarque, les taux d'écroissage issus des essais de traction sont assez faibles (< 10 %) et ne sont pas suffisants pour activer le mécanisme de transformation de phase quel que soit le rechargement.

### 3. 2. Couplage taux d'écroissage et taux d'indexation en EBSD

Des analyses EBSD complémentaires, qui n'ont pu être réalisées que sur le rechargement ST21-LASER, apportent des éléments additionnels qui couplés à nos résultats s'avèrent riches d'informations.

Les mesures EBSD sur le ST21-LASER montrent que les 20 premiers micromètres de la surface de frottement présentent tellement de défauts que l'indexation de la phase n'est pas possible et les 70 micromètres sous cette couche présentent un gradient d'indexation (Figure 232). Le taux d'indexation traduit la quantité de défauts : plus le taux d'indexation est faible, plus il y a de défauts dans la zone analysée. En couplant le taux d'indexation (EBSD) et taux



d'écrouissage (dureté) (Figure 243), pour ce rechargement, on constate qu'avec un taux d'écrouissage compris entre 5 % et 37 %, la phase présente est CFC non réorientée. Entre 37 % et 51 % d'écrouissage, nous avons un gradient d'indexation compris entre 85 % et 5 % et nous avons un gradient de phase HC compris entre 0 et 80 % de phase HC. Dans cette zone, on peut assimiler les grains à des matériaux composites, constitués d'une « matrice » correspondant à la phase CFC et de « renforts » correspondants aux « germes » de phase HC. Enfin entre 5 % d'indexation et 0,5 % d'indexation, nous posons l'hypothèse que l'écrouissage est stabilisé à la dernière valeur mesurée et nous avons 100 % de phase HC mesurée par DRX. Cette hypothèse est liée aux résultats de la Figure 241 pour lesquels, le taux d'écrouissage dans un ST6 LASER, n'augmente plus à partir de 80 % de transformation de phase.

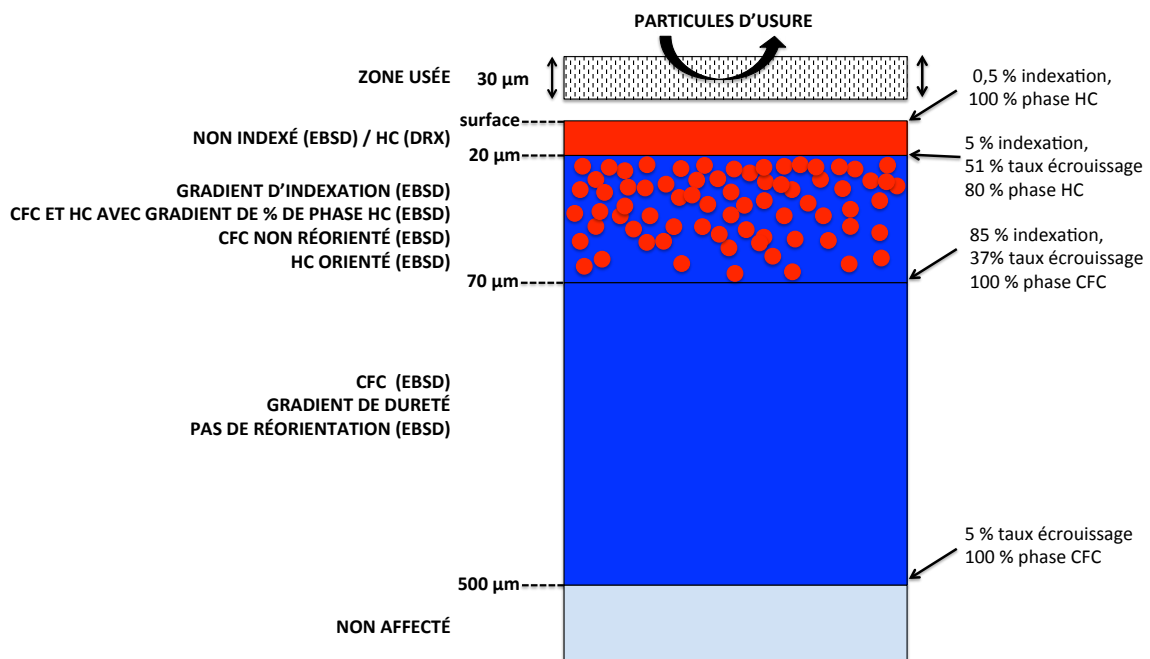


Figure 243 : Schéma de la sous-couche d'un rechargement sous la surface frottée (exemple du ST21-LASER\_P2-20°C) réalisé à partir de la synthèse des résultats d'EBS (taux d'indexation (%), %-HC, orientation des grains) couplés aux résultats DRX et aux mesures de dureté (taux d'écrouissage (%)).

### 3. 3. Couplage taux d'écrouissage et réorientation des grains en surface

Le couplage du taux d'indexation et du taux d'écrouissage apporte alors les conclusions suivantes :

- Le nombre de défaut d'empilement augmente de manière significative au détriment de la multiplication des dislocations après un certain niveau d'écrouissage, estimé dans cet exemple aux alentours de 37 %. Ceci reviendrait à dire qu'une fois que la structure CFC est écrouie jusqu'à un taux d'écrouissage seuil estimé à 37 %, des défauts d'empilement se créent dans la structure et conduisent ainsi à un nouveau mécanisme de déformation plastique (transformation de phase).
- Dans la zone entre 70 µm et 20 µm sous la surface frottée, le taux d'écrouissage augmente sensiblement puisqu'il passe de 37 % à 51 %, ceci signifie qu'il y a multiplication des dislocations dans la phase CFC restante mais également création de défauts d'empilement puisque le pourcentage de phase HC augmente et le taux d'indexation diminue. On suppose qu'il y a donc toujours activation des

deux mécanismes de déformation plastique. On peut alors parler de **double mécanisme**.

- Quand il y a quasiment 100 % de phase HC (seulement défauts d'empilement), en se basant sur les résultats observés sur le ST6-LASER lors des essais « interrompus », on peut supposer que l'état stabilisé de la microstructure est atteint. Dans la phase HC, malgré que ces mécanismes n'aient pas pu être identifiés, des mécanismes de type restauration dynamique sont également supposés.

En utilisant les résultats sur le taux d'érouissage en fonction du pourcentage de phase HC lors des essais interrompus sur le ST6-LASER, le raisonnement précédent est cohérent, mais la valeur seuil d'érouissage nécessaire pour activer le mécanisme de transformation de phase est plus faible.

Les mesures EBSD (cas du ST21-LASER) indiquent également que la déformation plastique induit une transformation de phase CFC en HC et que la phase CFC restante n'a quasiment pas changé l'orientation préférentielle de ses grains (les grains sont toujours orientés avec les plans {200} parallèles à la surface) mais à contrario, la phase HC créée oriente préférentiellement ses plans {0002} parallèlement à la surface de frottement. Le taux d'érouissage atteint dans ce cas sera de l'ordre de 50 %. La faible réorientation des grains CFC et le plus faible taux d'érouissage peuvent être attribués au double mécanisme (glissement des dislocations + création de défauts d'empilement) qui induit moins de glissement de dislocations et donc moins de réorientation des grains et une plus faible densité de dislocation.

Parallèlement, pour les rechargements ST21-MIG, qui **ne changent pas de phase** sous sollicitations tribologiques, les mesures de figures de pôles par DRX indiquent une réorientation des grains CFC avec les plans cristallographiques {111} parallèles à la surface frottée. Le taux d'érouissage atteint dans ce cas est de l'ordre de 90 %.

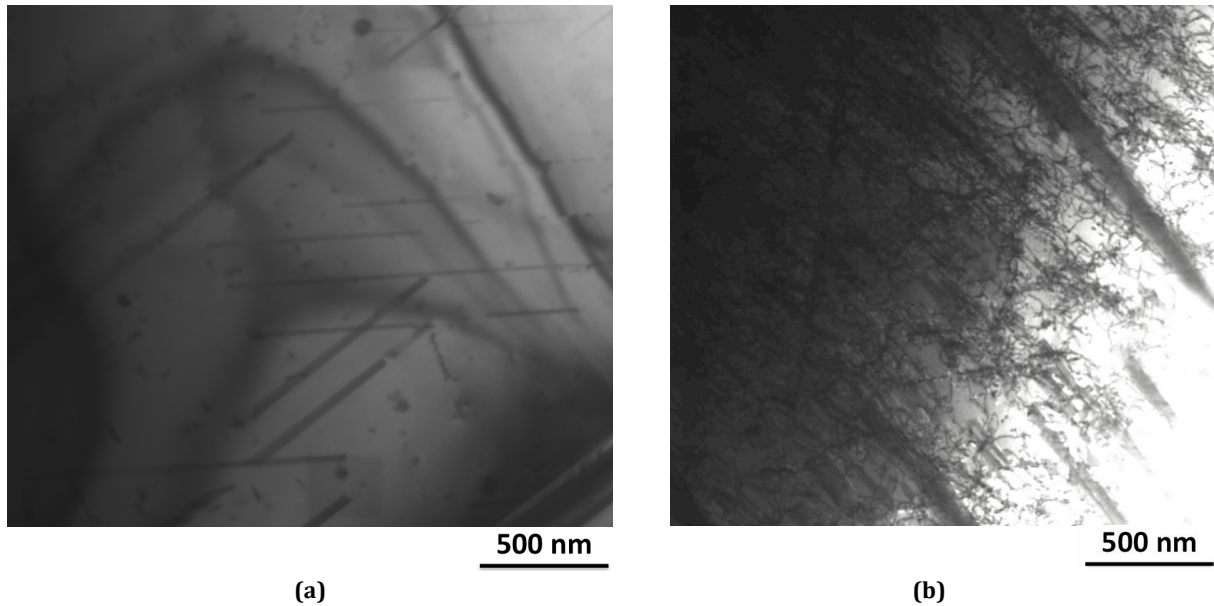
On peut supposer qu'en dessous de 50 % de taux d'érouissage, la réorientation des grains, sous l'effet du glissement des dislocations, n'est pas suffisante et ne permet pas aux plans {111} d'être parallèles à la surface pour accommoder le cisaillement.

S'il y a **changement de phase**, comme dans le cas du ST21-LASER, il n'y aura jamais possibilité à la phase CFC d'atteindre des niveaux d'érouissage supérieurs à 50 % et donc jamais possibilité de fortement réorienter ses grains car la déformation est prise en charge par un autre mécanisme que le glissement des dislocations.

Donc on érouit moins car il y a moins de glissement et d'enchevêtrement des dislocations et plus de transformation de phase et la compétition entre les deux mécanismes influe sur le taux d'érouissage.

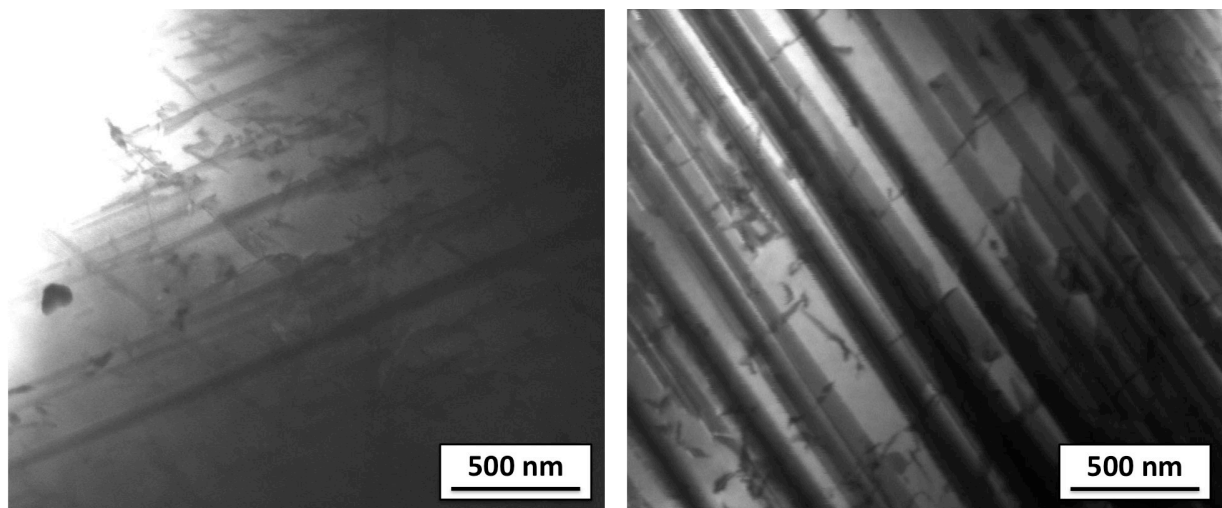
Des analyses MEB réalisées avec un détecteur STEM (en mode champ clair) ont permis de mettre en évidence les deux mécanismes de plasticité observables dans les rechargements Stellite.

Dans le cas du rechargement **ST21-MIG monocouche** qui ne change pas de phase sous sollicitations tribologiques, les images STEM mettent en évidence la présence d'une densité de défaut (plutôt de type défaut d'empilement) extrêmement faible dans une zone hors frottement (Figure 244-a). En revanche, après essai tribologique, en extrême surface sous la trace d'usure, on observe une très grande quantité de dislocations enchevêtrées et quelques défauts d'empilement (Figure 244-b).



**Figure 244 : Observations MEB avec un détecteur STEM (en mode champ clair) de la structure d'un rechargement ST21-MIG monocouche : (a) avant essai de frottement et (b) après essai de frottement (paramétrie P1).**

Dans le cas du rechargement **ST21-LASER** qui change de phase sous sollicitations tribologiques, les images STEM mettent en évidence la présence d'une quantité initiale de défaut d'empilement légèrement plus importante que pour le ST21-MIG monocouche dans une zone hors frottement (Figure 245-a). En revanche, après essai tribologique, en extrême surface sous la trace d'usure, on observe une très grande quantité de défauts d'empilement (bandes noires) et très peu de dislocations (Figure 245-b).



**Figure 245 : Observations MEB avec un détecteur STEM (en mode champ clair) de la structure d'un rechargement Stellite 21 déposé par procédé LASER : (a) avant essai de frottement et (b) après essai de frottement (paramétrie P1).**

Ces observations confirment bien que deux mécanismes de plasticité opèrent :

- le glissement des dislocations parfaites,
- la transformation de phase (via les défauts d'empilement).

### 3. 4. Couplage taux d'écroissage et taux de déformation en cisaillement

Une relation entre l'évolution du taux de déformation plastique en cisaillement et celle du taux d'écroissage (augmentation relative de dureté) a été établie (Figure 246). Pour cela, des mesures de microdureté (100 g) ont été réalisées le long des dendrites déformées plastiquement pour un rechargement **ST21-MIG monocouche** après un **essai « longue durée »**, selon la paramétrie donnée dans le Tableau 37. La méthode de calcul de Dautzenberg [DAUT73] a été utilisée pour déterminer le taux de déformation plastique (Annexe 3) et appliquée via les carbures interdendritiques, révélés par une attaque chimique au réactif de Murakami, qui sont des marqueurs de la déformation plastique des dendrites (Figure 246-a : les carbures apparaissent colorés). On constate qu'au-delà d'un seuil de déformation plastique d'environ 600 %, le taux d'écroissage atteint un niveau asymptotique ( $\approx 90\%$ ) et ne change pas avec une augmentation de la déformation (Figure 246-b). Compte tenu de ces premières observations, avant ce seuil spécifique (600 %), les mécanismes de déformation plastique induisent un écroissage, et au-delà de ce niveau, l'écroissage atteint une asymptote. Il est difficile d'expliquer ces niveaux très élevés de déformation plastique (> 1000 %) par les mécanismes de plasticité « classiques ». On peut supposer que des mécanismes aux joints de grains interviennent, en raison d'une morphologie très affinée des grains en extrême surface. L'augmentation de la densité de joints de grain permettrait aux dislocations de s'annihiler. Ce mécanisme permettrait d'expliquer les niveaux très élevés de déformation (jusqu'à 1000 %) sans écroissage supplémentaire.

	Charge	Pression de Hertz	Vitesse		Distance de glissement	
	daN	MPa	mm/s	rpm	m	Nbre de tours
Première partie	500	472	70	50	480	6000
Deuxième partie	300	365 (*)	70	50	1440	18000

(\*) En raison de la perte du rayon dans la première partie de l'essai, ce niveau de pression est surestimé, il correspondrait à la pression maximale de Hertz si le rayon de l'anneau était toujours de 10 mm.

Tableau 37 : Paramètres de l'essai dit « longue durée », réalisé en deux temps (première et deuxième parties).

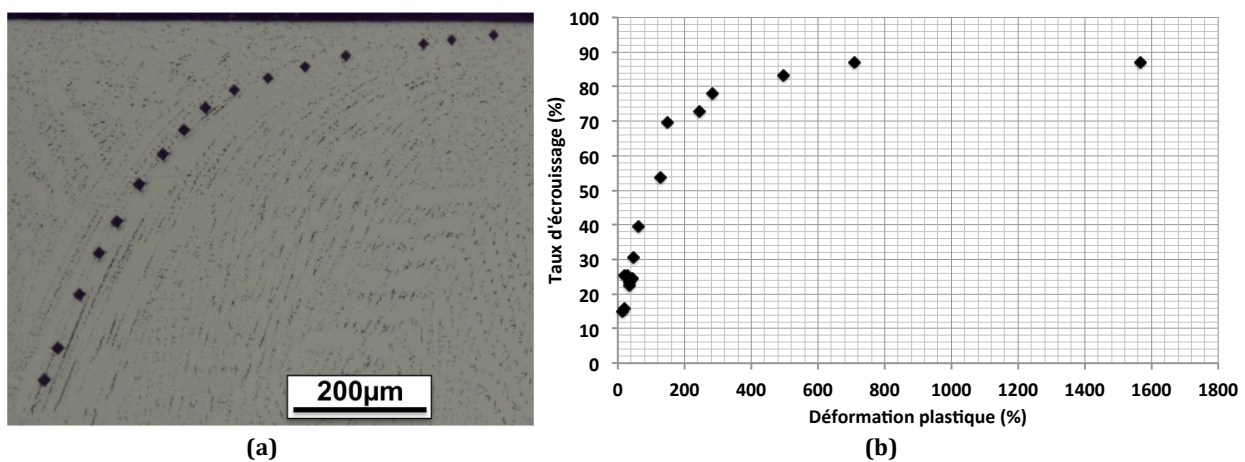


Figure 246 : Évolution du taux d'écroissage en fonction du taux de déformation plastique, (a) observation de la zone étudiée et (b) courbe d'évolution.

## 4. Mécanismes d'endommagement et émission de particules d'usure

Un mécanisme d'endommagement des surfaces semble ressortir au niveau des résultats obtenus. Il existe un gradient d'écrouissage dans la profondeur, c'est-à-dire que l'extrême surface atteint très rapidement (en quelques tours voire un tour) sa capacité de déformation maximale, c'est-à-dire sa ductilité maximale et en sous-couche la déformation est progressive. Ce gradient d'écrouissage reste constant au cours de la durée de l'essai (ou de la distance de glissement) et le mécanisme d'émission de la particule d'usure semble cyclique et continu.

Ainsi, sous sollicitations thermomécaniques, les rechargements atteignent rapidement un régime d'usure stabilisé. Dans ce régime, un mécanisme cyclique continu est établi. La surface émet la particule d'usure, et la sous-couche, une fois la particule émise, se déforme plastiquement pour atteindre sa capacité maximale de déformation. L'émission de particules d'usure s'accompagne d'un gradient en sous-couche qui se déplace d'une épaisseur équivalente à celle des particules éliminées. La sous-couche devient alors surface et conduit ainsi à la formation de la nouvelle particule d'usure par rupture de la couche déformée plastiquement. Les particules d'usure sont plutôt sous la forme de poudre lorsque la structure est transformée en HC et sous la forme de débris de taille plus ou moins importante lorsque la structure reste CFC.

*Les résultats de cette étude ont montré que la propriété des rechargements Stellite qui régit leur comportement sous sollicitation tribologique est leur température de transformation de phase CFC/HC ( $T_{CFC/HC}$ ).*

*Si la **température de sollicitation est supérieure à  $T_{CFC/HC}$** , la structure CFC est stable et le mécanisme de déformation plastique est principalement le glissement de dislocations, entraînant donc une réorientation des grains importante.*

*Si la **température de sollicitation est inférieure à  $T_{CFC/HC}$** , un double mécanisme de déformation plastique est activé. Dans ce cas, en deçà d'un certain seuil de déformation plastique, seul le mécanisme de glissement des dislocations est observé. Au-delà de ce seuil, un autre mécanisme de déformation est activé, ce deuxième entraînant la création de défauts d'empilement, créant des germes de phase HC dans les grains CFC. À ce stade, on est en présence d'un matériau que l'on peut qualifier de « **composite** », car les grains sont constitués d'une matrice CFC contenant des germes de phase HC qui peuvent être considérés comme des renforts. La transformation de phase CFC en HC n'est pas instantanée. C'est l'accumulation de défauts d'empilement qui conduit progressivement à une structure entièrement HC.*

*Les résultats montrent également une relation entre le frottement et le taux de phase HC. Sur les courbes d'évolutions du coefficient de frottement, l'activation du mécanisme de transformation de phase CFC en HC (par création de défauts d'empilement) est nettement visible, en effet, une chute importante et progressive du coefficient de frottement est observée au fur et à mesure que le pourcentage de phase HC augmente dans la matrice CFC. Une fois que la transformation CFC en HC est totale, le frottement se stabilise. On observe alors une chute du frottement d'un facteur deux comparativement au frottement avant transformation.*

*La relation entre le taux d'écrouissage et le taux de déformation plastique des Stellites montre qu'au-delà d'un seuil de déformation plastique, cette dernière augmente sans écrouissage supplémentaire. Ce phénomène pourrait être caractéristique de l'activation d'un autre mécanisme de déformation. Ce dernier n'a pas pu être identifié, cependant, on peut envisager une compétition entre la multiplication des dislocations et leur annihilation par restauration dynamique.*

*Sous sollicitations thermomécaniques, les rechargements atteignent rapidement un régime stabilisé. Dans ce régime, un mécanisme cyclique et continu est établi. L'émission de particules d'usure, plutôt sous forme de poudre lorsque la structure est transformée en HC et de débris de taille plus ou moins importante lorsque la structure reste CFC, s'accompagne d'un gradient qui se déplace d'autant que l'épaisseur de la zone éliminée en sous-couche.*



# Conclusion générale et perspectives

## Conclusion générale

Lors des opérations de matriçage, les surfaces des matrices sont soumises à des sollicitations intenses incluant l'échauffement par le métal mis en forme et préchauffé à 1000 °C - 1200 °C et les efforts mécaniques directs de pression exercés par la presse et indirects induits par le frottement à l'interface matrice-lopin. Si, dans l'ensemble de la profession de la forge, la durée de vie des outils en acier varie de quelques milliers à quelques dizaines de milliers de pièces produites, elle se voit abaissée dans le contexte des productions d'Aubert et Duval à quelques centaines, voire dizaines de pièces du fait :

- de la nature des matériaux transformés, particulièrement résistants à la déformation, en particulier les superalliages base nickel,
- de la nécessité de forger à « basse » température, pour obtenir les propriétés élevées d'emploi requises,
- de formes et profils sévères des gravures, pour l'obtention des pièces proches des côtes finales en économisant de la matière à la fois chère et difficile à usiner,
- de la grande taille des pièces produites, pour lesquelles les importants déplacements de matière induisent des glissements intenses,
- du temps de contact matrice/pièce qui est relativement long, en raison des vitesses de déformation typiques de ce procédé sur grandes pièces.

De ce fait, le processus généralement identifié de ruine par fatigue thermique est peu observé et fait place à des endommagements de surface essentiellement par écoulement plastique et usure.

L'augmentation de la durée de vie des matrices de forgeage de pièces aéronautiques étant un point déterminant pour la société Aubert et Duval, celle-ci a constitué un consortium polyvalent d'industriels et de laboratoires, avec des compétences en matériaux, en technologies des procédés et en comportement des outillages en service, afin de répondre à la problématique de protection des surfaces de ses matrices.

Ces travaux de thèse s'inscrivent donc dans le cadre du projet FUI 2012 intitulé "Revêtements Optimisés d'Outillages de Forge (ROOF)", dont l'un des objectifs est la définition de matériaux de revêtement performants associés à des procédés de projection (LASER et PTA) optimisés pour aboutir à des solutions économiquement compétitives pour les matrices de forge à chaud de pièces aéronautiques.

Dans le cadre de ce projet, le laboratoire de Tribologie de l'ICA-Albi a eu pour principale mission d'améliorer la connaissance des mécanismes d'endommagement de surface de rechargements base cobalt (Stellites) induits lors des sollicitations thermomécaniques mises en jeu pour le forgeage à chaud de pièces aéronautiques.

Dans un premier temps, une solution déjà explorée de rechargement Stellite grade 21 déposé par un seul procédé déjà mature, le procédé MIG, a été étudiée et caractérisée. Les travaux de thèse se sont ensuite principalement consacrés à l'étude de différents rechargements, toujours base cobalt (Stellites grade 21 et grade 6), obtenus par deux autres procédés à savoir les procédés PTA et LASER.

Pour les Stellites, dont la teneur en chrome est de l'ordre de 30 % en masse, la phase qui est thermodynamiquement stable à basse température est la phase hexagonale compacte (HC,  $\epsilon$ ) et la particularité du cobalt est de présenter une transformation allotropique CFC/HC, vers 420 °C, de type martensitique (cisaillement, sans diffusion). Cependant, dans le cas des rechargements base cobalt, de par le procédé même d'obtention qui impose un refroidissement brutal et donc hors équilibre, la matrice présente une structure cubique à faces centrées (CFC,  $\gamma$ ) métastable à basse température. La métastabilité de la phase CFC peut jouer un rôle de première importance sur le comportement mécanique et tribologique des Stellites. En effet, le nombre de systèmes de glissement, quatre fois moins important dans une structure HC que dans une structure CFC qui en possède douze, conduit à des mécanismes de déformation plastique autres que le seul glissement des dislocations parfaites (maclage, transformation de phase CFC en HC).

Les expertises de matrices industrielles de forgeage à chaud rechargées en ST21-MIG (rechargement de référence) ont mis en évidence plusieurs modes de dégradations :

- écrouissage et déformation plastique du rechargement Stellite,
- fissuration du rechargement Stellite,
- adoucissement et déformation plastique du substrat de base,
- trempe et déformation plastique du substrat lorsque le rechargement est éliminé.

La caractérisation mécanique des rechargements a mis en évidence une faible ductilité des Stellites. Cette dernière est d'autant plus faible que la teneur en carbone, et plus précisément en carbures, est importante dans les rechargements. Notons que, si sous sollicitations de traction uni-axiale, les Stellites ont un allongement à la rupture inférieur à 30 %, sous sollicitations tribologiques, les niveaux de déformation observés en extrême surface sont très élevés et estimés à plusieurs centaines de % (jusqu'à 1000 %). Les essais mécaniques de flexion quatre points ont montré une très bonne adhérence entre les rechargements et le substrat de base, quel que soit le procédé étudié (MIG, PTA ou LASER).

Afin d'étudier l'endommagement surfacique des matrices de forge à chaud, des essais « instrumentés » ont été mis en place à l'échelle semi-industrielle avec une presse de 300 T sur le site d'Aubert et Duval à Pamiers (laboratoire ARDEM) et à l'échelle du laboratoire avec un tribomètre fortes charges en température sur le site de l'ICA-Albi.

Les résultats des essais semi-industriels, qui ont particulièrement privilégié l'aspect thermique des sollicitations de forgeage, ont montré que les rechargements Stellite ne jouent pas de rôle escompté de barrière thermique. En revanche, ils contribuent à prévenir la trempe de l'acier de base (fragilité) et on a pu observer que l'affectation thermique du substrat est d'autant plus faible que l'épaisseur de rechargement est importante.

Les essais d'endommagement sur le tribomètre fortes charges, même s'ils n'ont pas permis de reproduire les efforts appliqués sur les matrices industrielles, ont permis d'observer des endommagements en surface des rechargements après essais tribologiques comparables à ceux identifiés lors des expertises de matrices industrielles endommagées en surface des rechargements dans les rayons de fuites de bavures.

Ces essais, qui combinent des sollicitations thermiques et mécaniques, se sont focalisés sur les phénomènes d'extrême surface des rechargements, les niveaux de sollicitations ne permettant pas d'affecter le substrat de base.

Six rechargements Stellites, différents par leur grade, leur procédé de dépôt ou encore par leur nombre de couches, ont été étudiés : ST21-MIG monocouche, ST21-MIG bicouche, ST21-PTA, ST21-LASER, ST6-PTA et ST6-LASER.

Les caractérisations post essais tribologiques ont montré l'impact de la température de transformation allotropique  $T_{\text{CFC/HC}}$  (température de l'équilibre thermodynamique) sur la nature des mécanismes de déformation plastique activés. En effet, il a été montré que :

- si la température de sollicitation lors des essais tribologiques est supérieure à  $T_{\text{CFC/HC}}$ , le mécanisme de déformation plastique est principalement le glissement des dislocations parfaites, entraînant une réorientation cristallographique importante des grains ;
- si la température de sollicitation est inférieure à  $T_{\text{CFC/HC}}$ , la déformation plastique se fait également par glissement des dislocations parfaites dans un premier temps, mais au-delà d'un certain seuil de déformation, le mécanisme de transformation de phase CFC en HC, mettant en jeu des défauts d'empilement, est activé : on parle alors de double mécanisme de déformation plastique.

Cette température est fortement impactée par la teneur en fer dans le rechargement, paramètre lié à l'énergie de soudage nécessaire à la réalisation du rechargement et au nombre de couches déposées.

Nos résultats ont mis en évidence une relation « directe » entre le frottement et le taux de phase HC, ou autrement dit entre la chute du coefficient de frottement en cours d'essai et le mécanisme de déformation plastique par transformation de phase CFC en HC. La stabilité du frottement est observée tant qu'il n'y a pas de changement de phase ou à partir du moment où la transformation CFC en HC est totale. Il est alors intéressant de noter que le coefficient de frottement après transformation de phase (structure HC) est divisé d'un facteur d'ordre deux par rapport à la structure initiale CFC. Les essais interrompus ont permis d'associer une valeur de coefficient de frottement à un taux de phase HC dans les Stellites.

Tous les rechargements sont écrouis après essais tribologiques. Si la dureté maximale atteinte est de l'ordre de 700 HV en extrême surface, un gradient de dureté est observé sur une profondeur de l'ordre de 500  $\mu\text{m}$ , quelles que soient nos conditions d'essais. La relation entre le niveau de déformation et le niveau d'écrouissage (variation relative de dureté) des Stellites montre un seuil de déformation au-delà duquel les Stellites continuent à se déformer sans augmentation de dureté supplémentaire. Ce phénomène est caractéristique de la compensation de la multiplication des dislocations par la restauration dynamique, au cours de laquelle, les dislocations peuvent se réorganiser (annihilation).

Enfin, quel que soit le rechargement étudié, sous sollicitations tribologiques, un régime stabilisé est « rapidement » atteint. Un mécanisme cyclique et continu est alors établi en « sous-couche » de la trace de frottement. On peut fortement supposer que sur les matrices de forgeage à chaud industrielles, cet état stationnaire soit également rapidement atteint.

La possibilité de travailler sur deux nuances (Stellite 21 et Stellite 6), déposées par trois procédés (MIG, PTA et LASER) a permis d'identifier l'influence des « paramètres » composition chimique du matériau et procédés de dépôt sur le comportement sous sollicitations tribologiques (déformation plastique, usure). L'ensemble des résultats permet de dégager des voies d'amélioration pour les rechargements base cobalt. Notamment les paramètres à fort impact sont :

- la dilution du fer et la taille de microstructure, liées au procédé de dépôt,
- la teneur en carbure liée à la nuance du rechargement.

Finalement, notons que des rechargements Stellite 21 ont été déposés par procédés MIG, PTA et LASER sur des matrices de forgeage et ont été sollicités en conditions industrielles. Les premiers résultats sont très encourageants, notamment concernant les rechargements déposés par procédés PTA et LASER, car ils annoncent une quantité plus importante de pièces forgées que pour le rechargement MIG.

## **Perspectives**

Concernant l'aspect scientifique, il semblerait intéressant d'accéder à des caractérisations à une échelle plus fine, spécifiquement en MET ou EBSD pour valider les mécanismes de déformation plastique, notamment dans les « premiers instants » du frottement et en extrême surface.

Lors de ces travaux, nous n'avons pas pu déterminer avec précision le « déclencheur » du mécanisme de transformation de phase mais nos résultats montrent que ce "déclencheur" est lié à un seuil de déformation plastique (taux de déformation ou densité de dislocations) nécessaire pour activer la transformation de phase. Il serait intéressant d'investiguer ce point, afin d'accéder à une valeur « quantitative » du seuil de déformation plastique nécessaire pour activer la transformation de phase. Ce dernier pourrait être envisagé, par un suivi in situ couplant un moyen de déformation à un moyen d'analyses de type DRX ou MET.

Dans ce travail, nous avons observé, en extrême surface, qu'au-delà d'un certain seuil de déformation plastique, la dureté n'augmente plus. Nous avons fait l'hypothèse que ce phénomène pouvait être lié à un réarrangement des dislocations en cellules (sous-joints). Il serait intéressant de pouvoir caractériser plus finement la structure (MET) pour confirmer ou infirmer notre hypothèse. Afin de s'assurer de la localisation précise dans la zone d'intérêt, un prélèvement par FIB peut être envisagé.

De plus, selon nos essais, hormis le fait que la transformation de phase CFC en HC soit permise ou non en fonction de la température, nous n'avons pas observé de différence entre les mécanismes de déformation plastique à température ambiante et ceux à haute température (essais à 450 °C et 600 °C). Ce résultat peut paraître surprenant, il semble donc pertinent d'envisager des caractérisations plus fines (typiquement en MET) pour mieux cerner l'influence de la température sur les mécanismes de plasticité des rechargements Stellites.

Nous pourrions éventuellement faire l'hypothèse que les températures impliquées dans le contact peuvent également permettre des mécanismes de plasticité à haute température de type glissement aux joints de grains via des mécanismes diffusionnaires, généralement associés aux notions de fluage. Ce dernier pourrait être permis sous des pressions hydrostatiques très importantes (ce qui est tout à fait envisageable pour un contact de ce type). Ceci pourrait expliquer les très hauts niveaux de déformation des Stellites et ne serait pas contraire à l'augmentation de la déformation sans variation notable de la dureté du matériau.

Enfin, cette étude pourrait être complétée par des caractérisations concernant l'émission des particules d'usures et la formation de la couche dite « glacée » qui peut se produire par compaction des débris d'usures oxydés à la surface du matériau. Plus particulièrement, il serait intéressant d'investiguer le rôle de cette dernière sur le comportement tribologique des Stellites.

L'endommagement des surfaces des outillages de forgeage à chaud est complexe. En effet, les sollicitations sont multiaxiales, se produisent dans un régime thermodynamiquement transitoire et sont couplées avec l'effet de l'environnement (oxydation). De plus, sous ces chargements, des évolutions métallurgiques peuvent se produire. L'écoulement plastique en

sous-surface des outillages (parfois effondrement) transforme ces dernières en un matériau texturé à la fois morphologiquement et cristallographiquement. Expérimentalement, il n'est pas possible de déterminer les phénomènes à l'échelle locale en sous-surface (pressions locales, températures locales, ...). Les phénomènes observés montrent un grand intérêt à développer des modèles de comportement et d'endommagement multi-échelles. Cette démarche n'a pas fait l'objet de ces travaux. Toutefois, des premiers travaux entrepris au sein de l'ICA-A ont permis de développer une approche multi-échelle [ZOUA15]. Il serait intéressant d'associer la modélisation et la simulation numérique multi-échelles à nos travaux portés sur l'étude multi-échelles des mécanismes d'endommagement et de déformation plastique.

Concernant l'application industrielle des rechargements dans le domaine du forgeage à chaud de pièces aéronautiques, des matrices rechargées en Stellites 21 déposé par procédé MIG, PTA et LASER sont rentrées en production. Les premiers résultats vont dans le sens d'une amélioration de la tenue en service des matrices avec les rechargements déposés par PTA et LASER. En perspective, d'autres couples matériau/procédé peuvent être envisagés sur les matrices de forge. Notamment, le rechargement Stellite 6 LASER qui présente un faible coefficient de frottement, une faible déformation plastique et un faible taux d'usure sous sollicitations tribologiques pourrait être envisagé à court ou moyen terme.

Par la suite, nous pouvons envisager de travailler sur des rechargements « architecturés », composés de multicouches de propriétés différentes. Ce rechargement multicouche peut être envisagé par un seul procédé ou une association de procédés. L'idée sous-jacente au rechargement multicouche architecturé, déjà investiguée par des laboratoires partenaires au cours du projet ROOF, est d'intégrer un effet barrière thermique aux rechargements de façon à mieux isoler le substrat de base de la température. Si un tel dépôt est technologiquement réalisable, il sera alors intéressant d'étudier les modifications que cela apporterait quand au comportement sous sollicitations thermomécaniques et tribologiques.





## Références bibliographiques

- [ALLA04] S. Allain, J.P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot, N. Guelton, Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe-Mn-C alloys, *Materials science and engineering A*, 387-389 (2004) pp. 158–162
- [ATAM89] S. Atamert, H.K.D.H. Bhadeshia, Comparison of the microstructures and abrasive wear properties of stellite hardfacing alloys deposited by arc welding and laser cladding, *Metallurgical Transactions A*, 20 (1989) pp. 1037–1054
- [BARR04] O. Barrau, Étude du frottement et de l'usure d'acier à outils de travail à chaud, thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse (2004) p. 21
- [BAUE11] R. Bauer, E.A. Jägle, W. Baumann, E.J. Mittemeijer, Kinetics of the allotropic hcp-fcc phase transformation in cobalt, *Philosophical magazine*, 91 (2011) pp. 437-457
- [BENA91] J.Bénard, A. Michel, J. Philibert, J. Talbot, *Métallurgie générale*, Masson (1991)
- [BERG97] N. Bergeon, G. Guenin, C. Esnouf, Characterization of the stress-induced  $\epsilon$  martensite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy : microstructural observation at different scales, mechanism of formation and growth, *Materials science and engineering A*, 238 (1997) pp. 309–316
- [BHAN82] K.J. Bhansali, A.E. Miller, The role of stacking fault energy on galling and wear behavior, *Wear*, 75 (1982) pp. 241–252
- [BONN10] H. Bonnefoy, W. F. Ahmed, D. Dudzinski, L. Iordache, Les outillages de forge à gradient fonctionnel, Assise Européenne du prototypage rapide (2010)
- [BOUR91] C. Bournicon, Sollicitations et modes d'endommagement des outillages de forge à chaud, La nitruration des outillages de forge à chaud, CETIM (1991)
- [BOWD69] F.P. Bowden, F.R.S. Childs, T.H.C. Childs, The friction and deformation of clean metals at very low temperatures, *Proceedings of the Royal Society A*, 312 (1969) pp. 451–466
- [BUCK68] D.H. Buckley, R.L. Johnson, The influence of crystal structure and some properties of hexagonal metals on friction and adhesion, *Wear*, 11 (1968) pp. 405–419
- [CALP13] Site web Calphad, <http://www.calphad.com/cobalt-chromium.html>, en date du 15 février 2013
- [CHASS00] B. Chassignole, Influence de la structure métallurgique des soudures en acier inoxydable austénitique sur le contrôle non destructif par ultrasons, thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (2000)

- [CHRI95] J.W. Christian, S. Mahajan, Deformation twinning, *Progress in materials science*, 39 (1995) pp. 1–157
- [CORN98] A. Cornet, J.P. Deville, *Physique et ingénierie des surfaces*, Monographie de matériologie (1998)
- [CORN10] A. Cornet, F. Hlawka, *Propriétés et comportements des matériaux*, Ellipses (2010)
- [DAUT73] J.H. Dautzenberg, Quantitative determination of deformation by sliding wear, *Wear*, 23 (1973) pp. 9–19
- [DAVI00] J.R. Davis, *Nickel, cobalt and their alloys*, ASM specialty handbook (2000)
- [DEFR98] A. Defrance, *Métallurgie du chrome*, Techniques de l'ingénieur (1998)
- [DELO07] Deloro Stellite. General guidelines for Stellite hardfacing onto steel substrates, disponible en ligne (2007)
- [DEM097] J.L. De Mol Van Otterloo, J.Th.M De Hosson, Microstructural features and mechanical properties of a cobalt-based laser coating, *Acta materialia*, 45 (1997) pp. 1225–1236
- [DOBR05] L.A. Dobrzański, M. Polok, M. Adamiak, Structure and properties of wear resistance PVD coatings deposited onto X37CrMoV5-1 type hot work steel, *Journal of materials processing technology*, 164–165 (2005) pp. 843–849
- [ERIC66] T. Ericsson, The temperature and concentration dependence of the stacking fault energy in the Co-Ni system, *Acta metallurgica*, 14 (1966) pp. 853–865
- [FARH06] M. Farhani, A. Amadeh, H. Kashani, A. Saeed-Akbari, The study of wear resistance of a hot forging die, hardfaced by a cobalt-base superalloy, *Materials forum*, 30 (2006) pp. 212–218
- [FARO07] M.U. Farooq, U. Klement, G. Nolze, The role of  $\alpha$ - to  $\epsilon$ -Co phase transformation on strain hardening of a Co-Cr-Mo laser clad, *Materials Science and Engineering A*, 445–446 (2007) pp. 40–47
- [FEKI10] W. Fekih Ahmed, *Modélisation du comportement du rechargement Stellite-6 déposé par PTA dans les outillages de forge*, thèse de l'Université de Reims Champagne-Ardenne (2010)
- [FELD06] E. Felder, Influence de la fatigue thermique sur l'usure par abrasion des matrices, *Tribologie et couplages multiphysiques*, Presses Polytechniques Universitaires Romandes, Actes des journées internationales et francophones de tribologie (2006) pp. 221–230
- [FOUI05] L. Fouilland, L. Iordache, M. El Mansori, A. Huguet, Caractérisation métallurgique des couches de rechargement base-cobalt : influence des paramètres d'élaboration, *Matériaux et techniques*, 93 (2005) pp. 163–169

- [FOUI07] L. Fouilland, M. El Mansori, M. Gerland, Role of welding process energy on the microstructural variations in a cobalt base superalloy hardfacing, *Surface and Coatings Technology*, 201 (2007) pp. 6445–6451
- [FOUI09] L. Fouilland, M. El Mansori, A. Massa, Friction-induced work hardening of cobalt-base hardfacing deposits for hot forging tools, *Journal of Materials Processing Technology*, 209 (2009) pp. 3366–3373
- [FROS82] H.J. Frost, M.F. Ashby, *Deformation-mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics*, Pergamon Press (1982)
- [GUEN96] G. Guénin, *Alliages à mémoire de forme*, Techniques de l'ingénieur (1996)
- [HABR79] L. Habraken, *Propriétés du cobalt et de ses alliages*, Techniques de l'ingénieur (1979)
- [HEIN99] H. Heinrich, H.P. Karnthalern T. Waitz, G. Kostorz, Transformation dislocations in Co-Fe, *Materials science and Engineering A*, 272 (1999) pp. 238–243
- [HOU05] Q.Y. Hou, J.S. Gao, F. Zhou, Microstructure and wear characteristics of cobalt-based alloy deposited by plasma transferred arc weld surfacing, *Surface and coatings technology*, 194 (2005) pp. 238–243
- [HUAN99] P. Huang, H.F. López, Strain induced  $\epsilon$ -martensite in a Co-Cr-Mo alloy : grain size effects, *Materials Letters*, 39 (1999) pp. 244–248
- [HUBB89] J.H. Hubbell, S. Seltzer, Tables of X-ray mass attenuation coefficients and mass energy-absorption coefficients from 1 keV to 20 MeV for elements  $Z = 1$  to 92 and 48 additional substances of dosimetric interest, National Institute of Standard and Technology, <http://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/tab3.html> (1989)
- [IORD06] L. Iordache, *Analyse tribo-métallurgique des rechargements base cobalt par fusion soudage d'outillages à chaud*, thèse de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Châlons-en-Champagne (2006)
- [JEAN72] R. Jeanjean, *Influence des éléments d'addition sur la transformation allotropique du cobalt*, thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (1972)
- [KASH06] H. Kashani, A. Amadeh, A. Ohadizadeh, Effect of temperature on the strain induced  $\gamma \rightarrow \epsilon$  phase transformation in Stellite 21 during wear test, *Materials Science and Engineering A*, 435 (2006) pp. 474–477
- [KASH07] H. Kashani, A. Amadeh, H.M. Ghasemi, Room and high temperature wear behaviors of nickel and cobalt base weld overlay coatings on hot forging dies, *Wear*, 262 (2007) pp. 800–806
- [KASH08] H. Kashani, M. Sadeghi Laridjani, A. Amadeh, M. Khodaghali, S. Ahmadzadeh, The influence of volumetric dilution on the strain induced  $\gamma \rightarrow \epsilon$  martensitic transformation in GTAW processed Co-Cr-Mo alloy, *Materials Science and Engineering A*, 478 (2008) pp. 38–42

[KENN13] Kennametal Inc., Alliages de rechargement dur (2013), adresse URL du document : <http://www.stellite.com/Portals/0/HARDFACING%20ALLOYS%20-%20FRENCH.pdf>

[KIRC99] D. Kircher, H. Michaud, V. Bogard, Analyse des dégradations d'outillages de forge à chaud à l'aide de la simulation numérique, *Matériaux et techniques 1-2* (1999) pp. 31–38

[KOH089] J. Kohopää, H. Hakonen, S. Kivivuori, Wear resistance of hot forging tools surfaced by welding, *Wear*, 130 (1989) pp. 103–112

[LANN54] A. Lanners, R. Breckpot, Contribution à l'étude de la transformation allotropique du cobalt, *Bulletin des Sociétés Chimiques Belges*, 63 (1954) pp. 217–234

[LEGR84] B. Legrand, Influence de la structure électronique sur la facilité relative des glissements dans les métaux de structure hexagonale compacte, Thèse de l'Université Pierre et Marie Curie (1984)

[LESK09] V. Leskovšek, B. Podgornik, M. Jenko, A PACVD duplex coating for hot-forging applications, *Wear*, 266 (2009) pp. 453–460

[LEVE07] R. Lévêque, Traitements et revêtements de surface des métaux, *L'usine nouvelle* (2007) p. 243

[LIU05] Y. Liu, H. Yang, Y. Liu, B. Jiang, J. Ding, R. Woodward, Thermally induced fcc  $\leftrightarrow$  hcp martensitic transformation in Co-Ni, *Acta Materialia*, 53 (2005) pp. 3625–3634

[MART00] J.L. Martin, Dislocations et plasticité des cristaux, Presses polytechniques et universitaires romandes (2000)

[MEET00] G.W. Meetham, M.H. Van de Voorde, *Materials for high temperature engineering applications*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2000)

[NEMA99] S. Nemat-Nasser, W.G. Guo, J.Y. Cheng, Mechanical properties and deformation mechanisms of a commercial pure titanium, *Acta Materialia*, 47 (1999) pp. 3705–3720

[NISH78] Z. Nishiyama, *Martensitic transformation*, Academic press (1978)

[PANJ02] P. Panjan, I. Urankar, B. Navinšek, M. Terčelj, R. Turk, M. Čekada, V. Leskovšek, Improvement of hot forging tools with duplex treatment, *Surface and Coatings Technology*, 151-152 (2002) pp. 505–509

[PAUL86] L. Pauling, B. Kamb, A revised set of values of single-bond radii derived from the observed interatomic distances in metals by correction for bond number and resonance energy, *Proceedings of the national academy of sciences of the United States of America*, 83 (1986) pp. 3569–3571

[PELL01] M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini, Thermal fatigue resistance of plasma duplex-treated tool steel, *Surface and Coatings Technology*, 142-144 (2001) pp. 1109–1115

- [PERS03] D.H.E. Persson, S. Jacobson, S. Hogmark, Antigalling and low friction properties of a laser processed Co-based material, *Journal of laser applications*, 15 (2003) pp. 115–119
- [PERS03-2] D.H.E. Persson, S. Jacobson, S. Hogmark, The influence of phase transformations and oxidation on the galling resistance and low friction behaviour of a laser processed Co-based alloy, *Wear*, 254 (2003) pp. 1134–1140
- [PERS05] D.H.E. Persson, On the mechanisms behind the tribological performance of Stellites, *Digital comprehensive summaries of Uppsala Dissertations from de Faculty of Science and Technology*, 129 (2005)
- [PERS06] D.H.E. Persson, E. Coronel, S. Jacobson, S. Hogmark, Surface analysis of laser clad Stellite exposed to self-mated high load dry sliding, *Wear*, 261 (2006) pp. 96–100
- [PHIL02] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, P. Combrade, *Métallurgie, Du minerai au matériau*, 2ème edition (2002) p. 445
- [PUTA96] J.L. Putaux, J.P. Chevalier, HREM study of self-accomodated thermal  $\epsilon$ -martensite in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy, *Acta Materialia*, 44 (1996) pp. 1701–1716
- [REMY76] L. Rémy, A. Pineau, Twinning and strain-induced F.C.C.  $\rightarrow$  H.C.P. transformation on the mechanical properties of Co-Ni-Cr-Mo alloys, *Materials science and engineering*, 26 (1976) pp. 123–132
- [REMY78] L. Rémy, A. Pineau, Temperature dependence of stacking fault energy in close-packed metals and alloys, *Materials science and engineering*, 36 (1978) pp. 47–63
- [RIET69] H.M. Rietveld, A profile refinement method for nuclear and magnetic structures, *Journal of applied crystallography*, 2 (1969) pp. 65–71
- [ROTH14] A. Roth, Étude multi-échelles de l'hétérogénéité et de l'anisotropie de la déformation plastique : cas des aciers TWIP et du Ti- $\alpha$ , thèse de l'Université de Lorraine (2014)
- [SALD99] A.J. Saldivar Garcia, A. Mani Medrano, A. Salinas Rodriguez, Formation of hcp martensite during isothermal aging of an fcc Co-27Cr-5Mo-0.05C orthopedic implant alloy, *Metallurgical and materials transactions A*, 30 (1999) pp. 1177–1184
- [SALD01] A.J. Saldivar, H.F. Lopez, Role of aging on the martensitic transformation in a cast cobalt alloy, *Scripta Materialia*, 45 (2001) pp. 427–433
- [SARG83] P.M. Sargent, G. Malakondaiah, M.F. Ashby, A deformation map for cobalt, *Scripta metallurgica*, 17 (1983) pp. 625–629
- [SAWA94] K. Sawan, Optimisation d'un outillage acier rechargé en superalliage pour forge à chaud, thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse (1994)

- [SHIN03] J.C. Shin, J.M. Doh, J.K. Yoon, D.Y. Lee, J.S. Kim, Effect of molybdenum on the microstructure and wear resistance of cobalt-base stellite hardfacing alloys, *Surface and Coatings Technology*, 166 (2003) pp. 117–126
- [SIMS87] T.C. Sims, N.S. Stoloff, W.C. Hagel, *Superalloys II*, Wiley, New-York (1987) p. 141
- [SMAL62] R. Smallman, R. Bishop, *Modern physical metallurgy and materials engineering* (1962) p. 101
- [SMIT15] R.T. Smith, T. Lolla, D. Gandy, L. Wu, G. Faria, A.J. Ramirez, S.S. Babu, P.M. Anderson, In situ X-ray diffraction analysis of strain-induced transformations in Fe- and Co-base hardfacing alloys, *Scripta Materialia*, 98 (2015) pp. 60–63
- [SUMM95] E. Summerville, K. Venkatesan, C. Subramanian, Wear processes in hot forging press tools, *Materials & design*, 16 (1995) pp. 289–294
- [TAYL86] R.N.J. Taylor, R.B. Waterhouse, The metallography of a cobalt-based implant alloy after solution treatment and ageing, *Journal of materials science*, 21 (1986) pp. 1990–1996
- [TERC06] M. Terčelj, P. Panjan, I. Urankar, P. Fajfar, R. Turk, A newly designed laboratory hot forging test for evaluation of coated tool wear resistance, *Surface and coatings technology*, 200 (2006) pp. 3594–3604
- [THOM53] N. Thompson, Dislocation nodes in face-centred cubic lattices, *Proceedings of the physical society, Section B*, 66 (1953) pp. 481–492
- [VAND04] G.F. Vander Voort, *ASM Handbook : Metallography and Microstructures of cobalt and cobalt alloys*, ASM International, 9 (2004) pp. 762–774
- [WAIT97] T. Waitz, H.P. Karnthaler, The f.c.c. to h.c.p. martensitic phase transformation in CoNi studied by TEM and AFM methods, *Acta Materialia*, 45 (1997) pp. 837–847
- [WU05] X. Wu, N. Tao, Y. Hong, J. Lu, K. Lu,  $\gamma \rightarrow \epsilon$  martensite transformation and twinning deformation in fcc cobalt during surface mechanical attrition treatment, *Scripta materialia*, 52 (2005) pp. 547–551
- [ZOUA15] A. Zouaghi, *Modélisation multi-échelle du comportement non linéaire et hétérogène en surface de l'acier AISI H11*, thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse (2015)



## **ANNEXES**

# I. Répétabilité et reproductibilité des essais tribologiques de la paramétrie P2-20°C

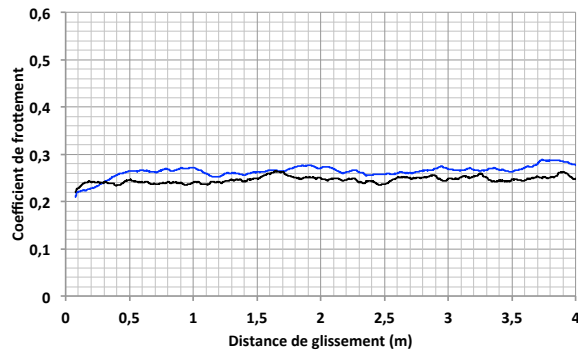


Figure 247 : ST21-MIG-monocouche.

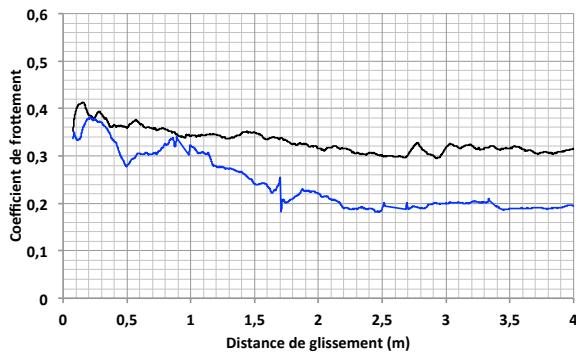


Figure 248 : ST21-PTA.

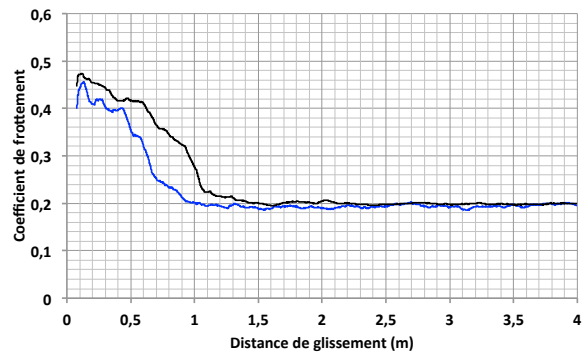


Figure 249 : ST6-PTA.

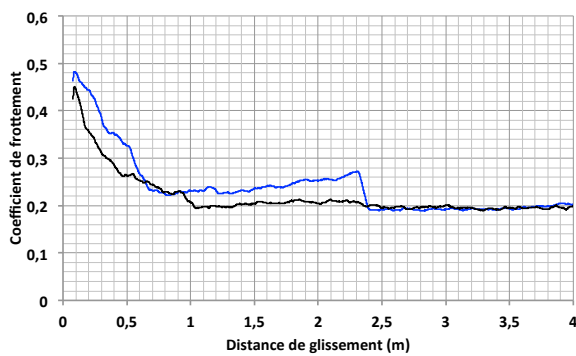


Figure 250 : ST21-LASER.

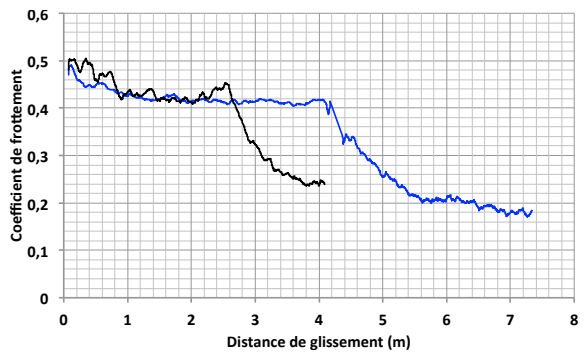


Figure 251 : ST6-LASER.

## II. Observations MEB en coupe parallèle à la direction de glissement après essais selon la paramétrie P2-20°C

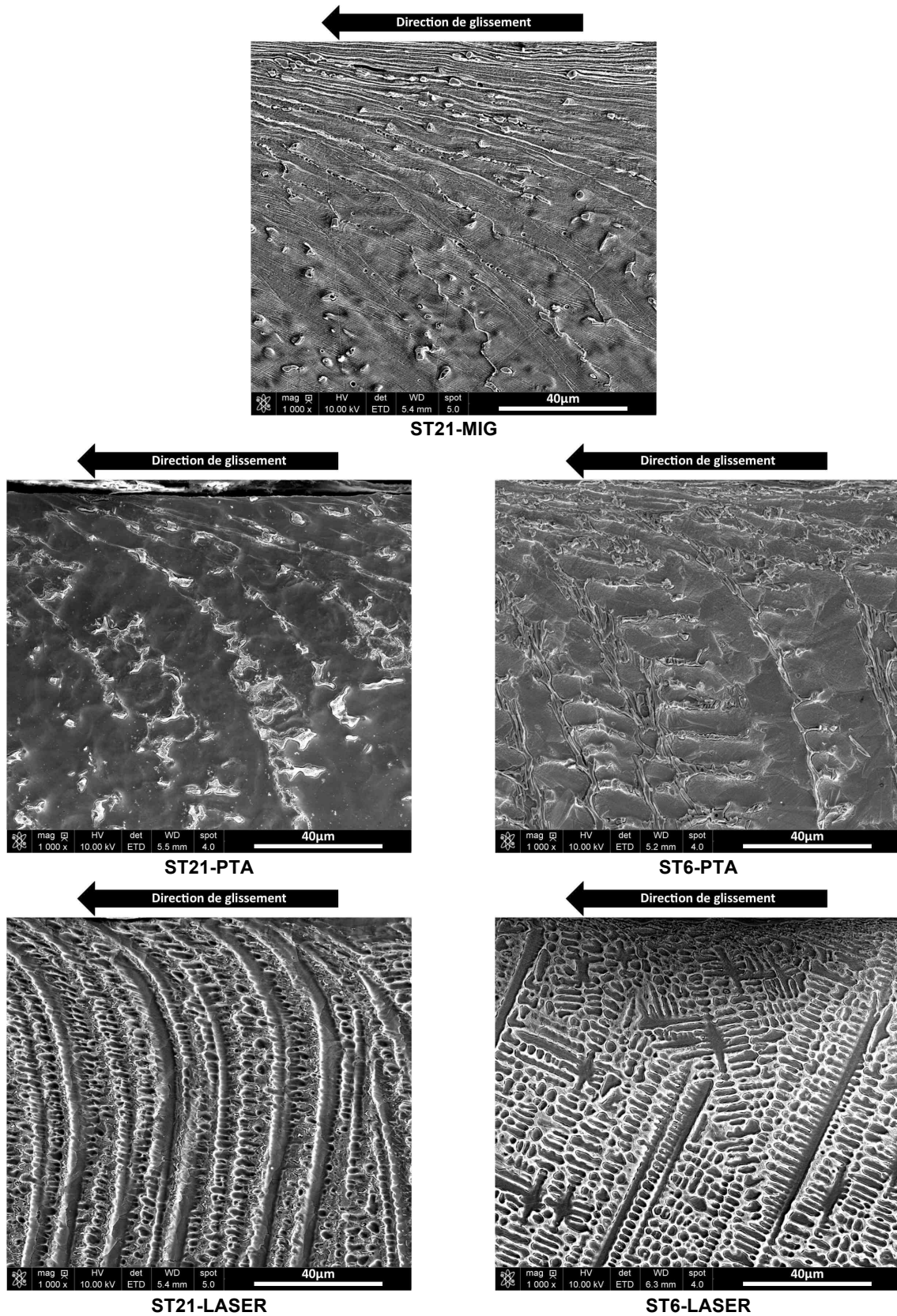


Figure 252 : Observations MEB des surfaces de glissement en coupes parallèlement à la direction de sollicitation-P2.

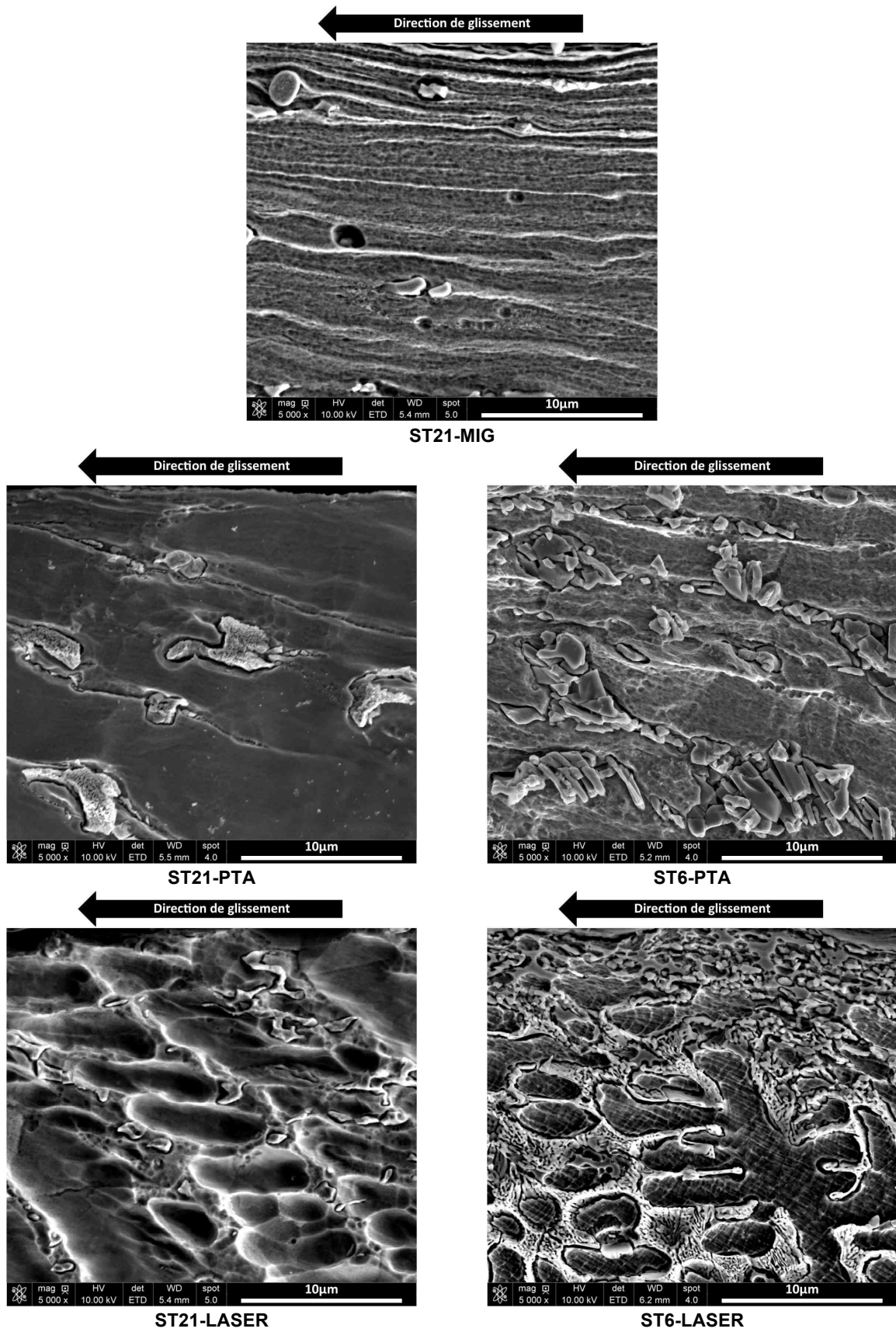


Figure 253 : Observations MEB des surfaces de glissement en coupes parallèlement à la direction de sollicitation-P2.



### III. Procédure de détermination de la relation entre le taux de déformation plastique en sous-couche et la dureté des Stellites

1. Couper, enrober et polir (jusqu'au 1  $\mu\text{m}$ ) l'échantillon
2. Attaquer au réactif de Murakami à ébullition pendant 90 secondes
3. Sous microscope numérique (Keyence), choisir les points de mesure et les repérer par des cercles (onglet « Measure and ... » => « Comments ») : **Photo 1**  
Remarque : utilisation de l'objectif x 1000, avec lumière latérale, grandissement x 400
4. Se placer en mode relief (onglet « image settings » => ...) : **Photo 2**
5. Mesurer les angles (onglet « Measure and ... » => ...) : **Photo 3**
6. Enlever la mesure des angles (onglet « Measure and ... » => ... « Delete all ») puis mesurer les profondeurs (onglet « Measure and ... » => ...) : **Photo 4**
7. Mesurer la microdureté en chacun des points choisis (charge : 100 g, objectif : x 50)

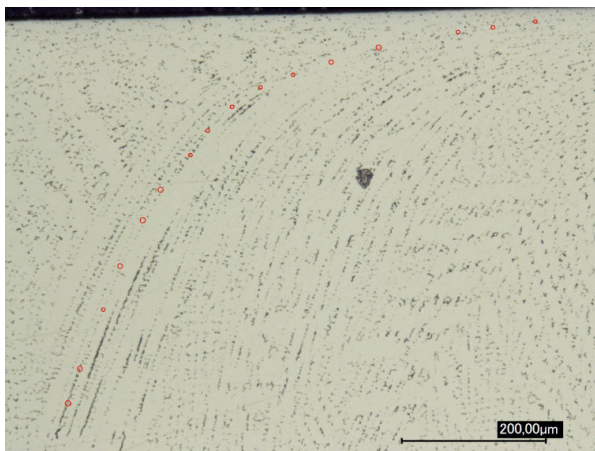


Photo 1

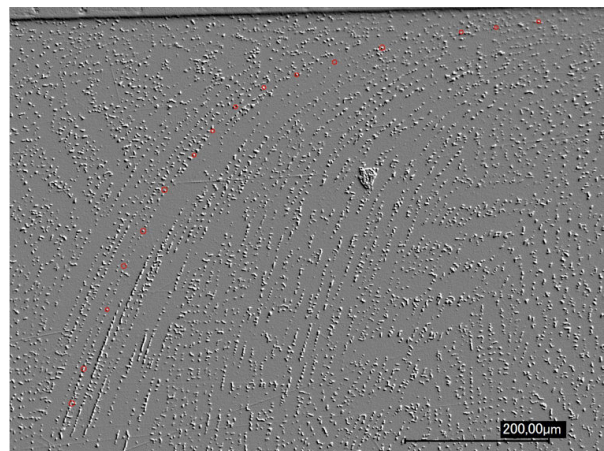


Photo 2

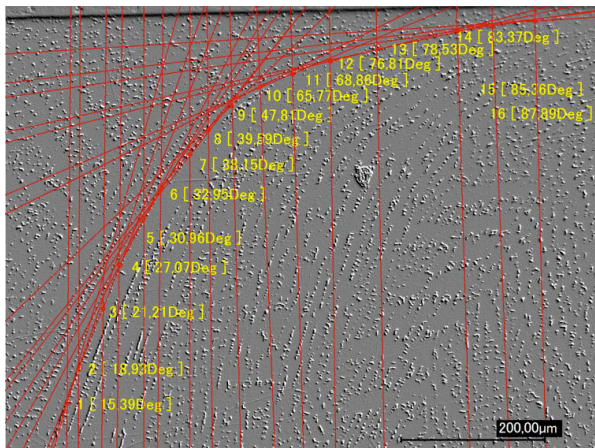


Photo 3

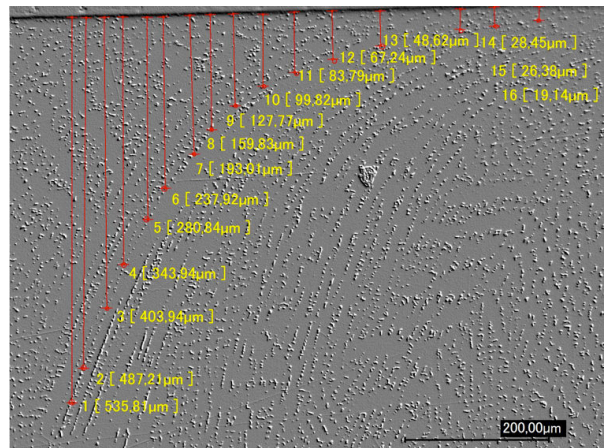


Photo 4





## **Étude et compréhension des mécanismes d'endommagement de surface de matrices de forgeage à chaud rechargées**

Dans le domaine du forgeage à chaud de pièces aéronautiques, les matrices en acier sont couramment rechargées, sur quelques millimètres d'épaisseur, par un alliage base cobalt (Stellite 21) déposé par procédé de soudage à l'arc (MIG). Dans le cadre de ce travail de thèse, ce rechargement « classique » est comparé à des rechargements Stellite 21 et Stellite 6 déposés par deux procédés émergents dans ce domaine, le PTA et le LASER. L'objectif est d'apporter des éléments de compréhension aux mécanismes d'endommagement de surface, notamment par écoulement plastique, de ces différents rechargements afin de dégager des voies d'amélioration pour augmenter la durée de vie des matrices.

Pour cela, des essais tribologiques (semi-industriels et laboratoire) ont été mis en œuvre pour créer des endommagements de surface comparables à ceux observés sur matrices industrielles. Associées à ces essais, des investigations microstructurales, structurales et mécaniques multi-échelles ont été réalisées (traction, flexion, microdureté, MO, MEB, MEB-STEM, DRX, EBSD).

Selon les couples « nuance/procédé » de rechargement, des mécanismes de déformation plastique par glissement des dislocations parfaites et par transformation de phase CFC en HC ont été identifiés. L'activation de ce dernier a pu être reliée à la température de transformation allotropique CFC/HC du cobalt. Cette température dépend à la fois (i) des éléments d'addition, variant en fonction de la nuance déposée (Cr, C, ...), (ii) de la dilution (variation de la teneur en Fe) liée aux paramètres de soudage et (iii) du nombre de couches déposées. De plus, une influence significative de la transformation de phase sur l'évolution du coefficient de frottement a été mise en évidence. En effet, dans le cas où la transformation de phase n'est pas observée, le coefficient de frottement est stable durant l'essai alors qu'une chute de la courbe de coefficient de frottement a été reliée avec la transformation de phase CFC en HC. Parallèlement, l'écoulement plastique des dendrites est observé en extrême surface sur quelques dizaines de micromètre d'épaisseur dans la direction de glissement. Cet écoulement est associé à une forte texturation morphologique et cristallographique de la phase identifiée (CFC ou HC), avec une orientation des plans de plus grande densité atomique parallèlement à la surface de glissement. Les résultats montrent également que sous sollicitations tribologiques, un important durcissement est observé en surface (jusqu'à 90%) et une corrélation a pu être établie entre l'augmentation de la microdureté et le taux de déformation plastique.

*Mots-clés : Endommagement de surface, Usure outillage, Mécanisme de déformation plastique, Forgeage à chaud, Sollicitation tribologique et thermomécanique, Rechargement, Procédé de dépôt (MIG, PTA, LASER), Alliage base cobalt (Stellite), Transformation de phase*

### **Assessment of surface damage mechanisms of hardfaced hot forging dies**

In the field of hot forging of aeronautical parts, the steel dies are commonly hardfaced, on few millimeters thick, by a cobalt-based alloy (Stellite 21) deposited by arc welding (MIG). As part of this thesis, this "classic" hardfacing is compared to Stellite 21 and Stellite 6 hardfacings deposited by two emerging processes in this area, the PTA and the LASER one. The objective is to assess surface damage mechanisms, especially induced by plastic strain, of these various hardfacings.

Tribological tests (laboratory and semi-industrial) were used to create surface damage comparable to those observed in industrial dies. Associated with these tests, multiscale microstructural, structural and mechanical investigations have been performed (tensile, bending, microhardness, OM, SEM, STEM, XRD, EBSD).

According to the « material / process » couple, plastic strain mechanisms by perfect dislocation glide and by FCC to HCP phase transformation have been identified. The activation of the latter has been connected to the temperature of the allotropic phase transformation (FCC/HCP) in cobalt. This temperature depends on (i) the alloying elements, varying according to the deposited grade (Cr, C, ...), (ii) the dilution (Fe content evolution) connected to the welding parameters and (iii) the number of deposited layer. Moreover, a significant influence of the phase transformation on the evolution of the friction coefficient has been evidenced. Indeed, if the phase transformation is not observed, the friction coefficient is stable during the test, while a drop of the friction coefficient curve is connected with the FCC to HCP phase transformation. Moreover, the plastic flow of dendrites is observed at the extreme surface, on a few tens of micrometres in thickness, in the direction of sliding. It is associated with a high morphologic and crystallographic texturing of the identified phase (FCC or HCP), with the highest atomic density planes mostly oriented parallel to the sliding surface. The results also show that, under tribological loadings, a significant hardening is observed on the surface (up to 90%) and a correlation has been established between the increase in the microhardness and the plastic deformation ratio.

*Keywords: Surface damage, Tool wear, Plastic strain mechanism, Hot forging, Tribological and thermomechanical loading, Hardfacing, Deposition process (MIG, PTA, LASER), Cobalt-based alloy (Stellite), Phase transformation*