

N° Ordre...../FT/UMBB/2023

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES



Faculté de Technologie

Thèse de Doctorat

Présentée par :

SITOUAH Nouredine

En vue de l'obtention du diplôme de **DOCTORAT Science** en :

Filière : Sciences et génie des matériaux

Spécialité : Physique et mécanique des matériaux

Production de la fonte de moulage 'EN-GJL-150'
à partir d'un minerai de fer riche en manganèse
& Etude d'usure.

Devant le jury composé de :

M. Hamid AKNOUCHE	Pr.	Univ. Boumerdes	Président
M. Abdellatif ZERIZER	Pr.	Univ. Boumerdes	Directeur
Mme Khadidja KHENFER	Pr.	Univ. Bab Ezzouar	Examinatrice
M. Ali BILEK	Pr.	Univ. Tizi Ouzou	Examineur
M. Abdellah DIHA	MCA	Univ. Tebessa	Examineur
M. Abdelhamid CHERFI	Pr.	Univ. Boumerdes	Invité

Année Universitaire 2022/2023

Remerciements

Ce travail a été réalisé à la fonderie et au laboratoire de métallographie et mécanique du complexe ENPMH de Berrouaghia (Médéa) ; tandis que les essais d'usure ont été réalisés à l'atelier de mécanique de la faculté des sciences (Ex INIM) de l'université de Boumerdès.

*Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse Monsieur **Abdellatif ZERIZER**, Professeur au département de Génie des procédés de la faculté de technologie de l'Université de Boumerdès, pour m'avoir suivi avec patience et intérêt et pour la confiance qu'il a placée en moi tout au long de ce travail, et surtout pour ses qualités humaines, ses conseils précieux et ses encouragements qui m'ont été d'une aide très précieuse dans la réalisation de cette thèse. Pour cela, je tiens à lui témoigner toute ma gratitude et mon respect le plus profond.*

*Je remercie vivement Monsieur **Hamid AKNOUCHE** Professeur et Directeur de l'ISTA à l'Université de Boumerdès, qui m'a fait le plaisir et l'honneur de présider ce jury.*

*Je remercie Monsieur **Ali BILAK** professeur à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou pour nous avoir honorés de sa présence et avoir accepté d'être examinateur.*

*Je remercie également Madame **Khadija KHENFER**, professeure à l'Université des Sciences et de la Technologies Houari Boumediene d'Alger, pour nous avoir honorés de sa présence et avoir accepté d'être examinatrice.*

*Je remercie également Monsieur **Abdellah DIHA**, Maître de Conférences à l'Université Larbi Tebessi de Tébessa, pour nous avoir honorés de sa présence en qualité d'examinateur.*

*Je remercie vivement Monsieur **Abdelhamid CHERFI**, Professeur au département de Chimie de la faculté des sciences de l'Université de Boumerdès, pour sa présence permanente et son aide précieuse dans l'organisation de ce travail de thèse.*

*J'adresse mes remerciements à Monsieur **Mehena OUALIT** Maître de conférences au département de Chimie de la faculté des sciences de l'Université de Boumerdès, pour son soutien et ses précieux conseils en matière d'organisation de la thèse.*

*Je remercie aussi Monsieur **Abdelhakim DAOUI** Maître de Conférences et vice doyen de la post-graduation à la faculté de technologie de l'Université de Boumerdès, pour l'aide appréciable qu'il m'a apporté.*

*C'est avec beaucoup d'estime que je remercie mon collègue **Mohamed HAMICHE** ex. chargé de cours à la faculté des sciences pour son soutien précieux tout au long de ce projet.*

Enfin, mes remerciements vont à toutes les personnes du complexe ENPMH de Berrouaghia ainsi qu'à ceux de l'université de Boumerdès qui m'ont aidé pour la réalisation de cette thèse.

Dédicace

Je dédie ce travail à mes parents et à ma femme tous partis trop tôt et que j'aurai souhaité avoir à mes côtés le plus longtemps possible.

Il m'est impossible d'oublier ma fille **Oumsaad** pour son soutien moral précieux et à laquelle, je souhaite une bonne réussite dans ses études supérieures.

A tous mes enfants, frères et sœurs, neveux et nièces.

RESUME

Les travaux de cette thèse de Doctorat s'intéressent à l'étude d'une fonte brute locale riche en manganèse ainsi qu'à l'éventualité de son utilisation pour la fabrication d'outils de coupe, avec comme objectif la compréhension et l'amélioration de leur résistance à l'usure.

Dans une première étape, nous avons étudié la production d'une fonte normalisées EN-GJL-150 par la mise en place d'un nouveau procédé de fusion utilisant, voire combinant, 2 types de fours industriels en mode duplex. Nous avons entamé notre travail par une statistique descriptive sur trente échantillons de matière première choisis au hasard afin d'évaluer sa composition chimique moyenne. Les résultats ont montré que sa teneur en manganèse était trop élevée et qu'elle variait de 1,8 à 3,2% avec un intervalle de confiance tel que : $Mn\% = 2,457 \pm 0,133$, tandis que sa teneur en silicium était trop faible et variait de 0,28 à 1,05% avec un intervalle de confiance tel que : $Si\% = 0,682 \pm 0,088$. Nous avons donc mis en place un procédé de 'correction/démanganisation' que nous avons exécuté et contrôlé sur le métal fondu dans une cascade de deux fours à l'échelle industrielle : un four rotatif et un four à arc électrique. Nos expériences réalisées ont indiqué qu'il était possible de diminuer la teneur en manganèse dans le métal fondu de 2,46 % à moins de 0,95 % à 1300 °C. Nous avons également effectué un suivi cinétique de l'oxydation du manganèse en utilisant le modèle du premier ordre et les valeurs des coefficients de vitesse se sont avérées être de 0,0043 et 0,0020 min⁻¹ dans le four rotatif et le four à arc électrique, respectivement. Les duretés Brinell et Rockwell ont également été contrôlées pendant le processus de fusion en fonction de la diminution de la teneur en manganèse, dont elles dépendent fortement ; les résultats ont montré que les duretés Brinell et Rockwell diminuaient de 38,83 % et 27,81 % respectivement, lorsque la teneur en manganèse baissait de 2,46 % à 0,94 %. La micrographie optique a indiqué que la fonte à la sortie des fours avait une microstructure perlitique avec une faible fraction de ferrite (1 à 5%) dans la matrice et des traces de cémentite et qu'elle était conforme aux normes en vigueur pour les fontes EN-GJL-150.

Enfin, dans une deuxième partie, nous avons réalisé des essais d'usure sur des échantillons moulés à partir de cette fonte en adoptant la méthodologie des plans d'expériences. Nous avons alors étudié les effets sur l'usure de trois facteurs, à savoir : la vitesse de rotation du tour, la surface de contact et la charge appliquée. Les résultats ont montré que la surface de contact était le facteur le plus significatif avec un effet valant 38 fois celui de la vitesse de rotation et 52 fois celui de la charge appliquée. Les résultats obtenus ont montré une assez bonne tenue à l'usure de nos échantillons.

Mots clés : Fonte EN-GJL-150 ; Démanganisation ; Hérité, Cinétique; Micrographie, Usure.



TABLE DES MATIERES

Résumé	3
Table des matières	4
Liste des abréviations	8
Liste de figures	10
Liste des tableaux	12
Liste des annexes	13
INTRODUCTION GENERALE	14
Introduction générale	15
Références Bibliographiques de l'introduction	17
CHAPITRE PREMIER : GENERALITES SUR LES FONTES	18
Introduction	19
I.1. Généralités	19
I.2. Fontes de première fusion	19
I.2.1. Formation de la fonte d'affinage dans le haut-fourneau	20
I.2.2. Composants chimiques des fontes de première fusion	21
I.2.3. Classification des fontes de première fusion	22
I.3. Fontes de deuxième fusion	23
I.3.1. Fonte blanche	23
I.3.2. Fonte grise lamellaire	24
I.3.3. Fonte à graphite sphéroïdal	25
I.2.4. Fonte vermiculaire	26
I.3.5. Fontes malléables	26
I.4. Solidification des fontes	27
I.4.1. Généralités	27
I.4.2. Solidification des phases primaires et de l'eutectique	27
I.4.2.1. Solidification des phases primaires	28
I.4.2.2. Solidification de l'eutectique	28
I.5. Corrélacion structure - composition chimique de la fonte	28
I.6. Influence de la composition chimique sur la structure de la fonte	31
I.6.1. Influence du carbone et du silicium	31
I.6.2. Influence du manganèse	31
I.6.3. Influence du phosphore et du soufre	31
I.7. Caractéristique mécanique des fontes grises	32
I.8. Influence de l'hérédité de la fonte du haut fourneau sur la fonte grise	32
I.8.1. Historique	33
I.8.2. Influence de l'hérédité sur l'aspect du graphite	33
I.8.3. Influence de la fusion sur l'hérédité des fontes de première fusion	34



I.8.4. Influence de l'hérédité sur la structure et les propriétés mécaniques	35
Références Bibliographiques du chapitre I	37
CHAPITRE II : OUTILS DE COUPE & USURE	40
Introduction	41
II.1. Généralités	41
II.2. Matériaux pour outils de coupe	42
II.2.1. Aciers rapides	42
II.2.1.1. Aciers rapides au tungstène	42
II.2.1.2. Aciers rapides au molybdène	42
II.2.2. Carbures métalliques	42
II.2.3. Carbures revêtus	43
II.2.4. Céramiques	43
II.2.5. Cermets	44
II.2.6. Revêtements	44
II.2.6.1. Rôle des revêtements	44
II.3. Comportement du matériau à l'usure	45
II.3.1. Définition de l'usure	45
II.3.2. Types d'usure	47
II.3.2.1. Processus d'abrasion	47
II.3.2.2. Processus d'adhésion	47
II.3.2.3. Processus de fissuration	48
II.3.2.4. Processus de déformation plastique	48
II.3.2.5. Processus de diffusion (physico-chimique)	48
II.3.2.6. Processus d'oxydation (physico-chimique)	49
II.3.2.7. Processus combiné	49
II.4. Conclusion	50
Références Bibliographiques du chapitre II	51
CHAPITRE III : MATERIELS & METHODES	52
Introduction	53
III. Mise en place d'un procédé de fusion modifié pour la démanganisation de la fonte locale	53
III.1. Caractérisation de la matière première (fonte de première fusion)	53
III.2. Protocole expérimentale et suivi de la démanganisation en mode Duplex	54
III.2.1. Description du protocole expérimentale en mode Duplex	56
III.2.2. Analyses visuelle & chimique de la fonte produite – suivi en temps réel du procédé de fusion	57
III.2.2.1. Détermination de la teneur en silicium	58
III.2.2.2. Détermination du phosphore	59
III.2.2.3. Détermination du manganèse	59
III.3. Etude cinétique de l'oxydation du manganèse au cours du processus de fusion	59
III.4. Caractérisation mécanique	60
III.4.1. Mesure de la résistance à la traction	60
III.4.2. Mesure de la dureté	61
III.5. Examens micrographique	62
III.5.1. Examen au microscope optique	62
III.6. Etude du comportement à l'usure du matériau élaboré – Approche par Plan d'Expériences	63
III.6.1. Méthodologie des plans d'expériences	63



III.6.1.1. Généralités sur les plans d'expériences	63
III.6.1.1.1. Lexique utilisé dans le domaine des plans d'expériences	64
a) Le Facteur	64
b) les Variables Centrées Réduites 'VCR'	64
c) La Réponse	65
d) La Surface de réponse	65
III.6.1.1.2. Domaines d'utilisation	65
III.6.1.1.3. Avantages des plans d'expériences	65
III.6.1.2. Modélisation mathématique	65
III.6.1.3. les plans factoriels complets 'PFC' à deux niveaux 2^k	66
III.6.1.3.1. Construction des plans factoriels complets 2^k	66
a) Matrice d'expérience	66
b) Modélisation dans le cadre des PFC	67
III.6.1.4. Validation du modèle adopté et détermination de ses coefficients	67
III.6.1.4.1. Coefficient de détermination (R^2 , et R^2 ajusté)	67
III.6.1.4.2. Analyse statistique des coefficients (Test de Student)	68
III.6.1.4.3. Analyse statistique des coefficients (Test de Fisher)	68
III.6.2 Etude du comportement à l'usure du matériau élaboré	69
Références bibliographiques du chapitre III	72
CHAPITRE IV : RESULTATS EXPERIMENTAUX & DISCUSSIONS	73
Introduction	74
IV.1. Analyse Statistique descriptives de la matière première	74
IV.2.. Mise en place d'un nouveau procédé de fusion en mode duplex, visant la démanganisation	77
IV.2.1. Suivi cinétique de la démanganisation	77
IV.2.2. Caractérisation mécanique	80
IV.2.2.1. Suivi des duretés Brinell (HB) et Rockwell (HRC) – Modélisation	80
IV.2.3. Caractérisation de la fonte élaborée	84
IV.2.3.1. Caractérisation chimique et mécanique de la fonte produite	84
IV.2.3.2. Etude de la microstructure de la fonte produite	84
IV.3. Etude par plan d'expériences de l'usure des outils élaborés	91
CONCLUSION GENERALE & PERSPECTIVES	95
ANNEXES	98
A1. NORME TGL 15477/03	99
A2. Essais métallographiques	100
A3. Norme NFA 32 -101	101
A.4. Types de graphite lamellaire dans les fontes grises	101
GLG Longeur des lamelles de graphite selon la norme Allemande TGL 15477/03	
GLA Répartition du graphite dans la matrice selon la norme Allemande TGL 15477/03	
GLM Pourcentage du graphite dans la matrice selon la norme Allemande TGL 15477/03	

Sommaire



LISTE DES ABREVIATIONS

H.F.	Haut-fourneau
Fe ₂ O ₃	Oxydes ferrique
Fe ₃ O ₄	Oxydes de fer (II, III) (magnétite)
Fe ₃ CO ₃	Fer spathique
CaCO ₃	Carbonate de calcium (castine)
Y	Austénite
Fe ₃ C	Cémentite
Mn ₃ C	Carbure de manganèse
FeSi75	Ferro-Silicium à 75%
G	Graphite
HB	Dureté Brinell
HRC	Dureté Rockwell (échelle C)
Ft15	Fonte grise lamellaire (R2)t = 15 Kg/cm ²
CO ₂	Gaz carbonique
SO ₂	Bioxyde de soufre
SO ₃	Trioxyde de soufre
CaO	Oxyde de calcium
MgO	Oxyde de manganèse
Na ₂ O	Oxyde de sodium
K ₂ O	Oxyde de potassium
SiO ₂	Silice
Al ₂ O ₃	Alumine
TiO ₂	Oxyde de titane
H ₂ O	Eau
HCl	Acide chloridrique
H ₂ SO ₄	Acide Sulfurique
HNO ₃	Acide nitrique
NaOH	soude

Liste des abréviations

NaCl	Chlorure de sodium
AgNO ₃	Nitrate d'argent
NH ₄ NO ₃	Nitrate d'ammonium
(NH ₄) ₆ MO ₇ O ₂₄ 4H ₂ O	Molybdate d'ammonium
(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈	persulfate d'ammonium
C ₂ H ₅ OH	Alcool éthylique
C	Carbone
Si	Silicium
Mn	Manganèse
P	Phosphore
S	Soufre
CCl ₄	Tétrachlorure de carbone
Mns	Sulfure de manganèse
Cu	Cuivre
EN-GJL	Fonte grise lamellaire
EN-GJV	Fonte grise vermiculaire
EN-GJS	Fonte grise sphéroïdale
EN-GJMB	Fonte malléable à cœur noir
EN-GJMW	Fonte malléable à cœur blanc

LISTE DE FIGURES

Figure I.1. Schéma du haut fourneau

Figure I.2. Diagramme Fer/Carbone simplifié

Figure I.3. Microstructure de la fonte blanche

Figure I.4. Microstructure de la fonte à graphite lamellaire (FGL)

Figure I.5. Microstructure des fontes à graphite sphéroïdal

Figure I.6. Fonte vermiculaire

Figure I.7. Microstructure d'une fonte malléable

Figure I.8. Diagramme de solidification de la fonte

Figure I.9. Diagramme de MAURER

Figure I.10. Diagramme de GREINER

Figure I.11. Relation structure-composition-massivité des pièces moulées (D'après H. LAPLANCHE).

Figure. II.1 : Courbe d'usure

Figure II.2 : Processus d'usure par abrasion

Figure II.3 : Processus d'usure par diffusion

Figure II.4 : Processus d'usure par oxydation

Figure II.5 : Diagramme de combinaison des différents processus d'usure en fonction de la température d'usinage.

Figure III.1. Schéma du four rotatif industriel utilisé pour la production de la fonte EN-GJL-150

Figure III.2. Schéma du four industriel à arc électrique utilisé pour la production de la fonte EN-GJL-150

Figure III.3. Eprouvette visuelle

Figure III.4. Eprouvette de contrôle de la composition chimique

Figure III.5. Eprouvette de traction (toutes les dimensions en mm)

Figure III.6. Appareils de mesure de dureté : (a) Presse Brinell ; (b) Presse Rockwell

Figure III.7. Microscope Neophot 2

Figure III.8. Schéma représentant le domaine d'étude

Figure III.9. Schéma du dispositif expérimental utilisé pour l'étude de l'usure

Figure IV.1. Histogramme montrant la distribution de la teneur en manganèse dans la matière première

Figure IV.2. Histogramme montrant la distribution de la teneur en silicium dans la matière première

Figure IV.3. Etude cinétique de la démanganisation lors du processus de fusion duplex : [Mn] en fonction du temps

Figure IV.4. Etude cinétique de la démanganisation lors du processus de fusion duplex : $\ln[\text{Mn}]$ en fonction du temps

Figure IV.5. Etude cinétique de la démanganisation lors du processus de fusion duplex : $[\text{Mn}]^{-1}$ en fonction du temps

Figure IV.6. Evolution de la dureté Rockwell avec la baisse en teneur du Manganèse (Mn%)

Figure IV.7. Evolution de la dureté Brinell avec la baisse en teneur du Manganèse (Mn%)

Figure IV.8. Corrélation de la dureté Brinell à la dureté Rockwell

Figure. IV.9. Echantillon de diamètre 5mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique

Figure. IV.10. Echantillon de diamètre 10mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise au centre x500

Figure. IV.11. Echantillon de diamètre 10mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise à l'extrémité x500

Figure. IV.12. Echantillon de diamètre 20mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise au centre x500

Figure. IV.13. Echantillon de diamètre 20mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise à l'extrémité x500

Figure. IV.14. Echantillon de diamètre 30mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise au centre x500

Figure. IV.15. Echantillon de diamètre 30mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise à l'extrémité x500

Figure IV.16. Echantillon de diamètre 40mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise au centre x500

Figure. IV.17. Echantillon de diamètre 40mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise à l'extrémité x500

Figure. IV.18. Echantillon de diamètre 32mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise au centre x500

Figure. IV.19. Echantillon de diamètre 32mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise à l'extrémité x500

Figure IV.20. Valeurs expérimentales vs. Valeurs calculées par le modèle équation (3)

Figure IV.21. Diagramme d'iso-réponse : Taux d'usure vs. (X_2, X_1) et (X_2, X_3)

Figure IV.22. Profil 3D de la surface de réponse vs. X_1 et X_3

Figure IV.23. Fonction désirabilité pour l'optimisation du taux d'usure

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 : Classification des fontes d'affinage utilisées en fonderie

Tableau I.2. Classification des fontes de moulage

Tableau I.3. Classification des éléments graphitisants et antigrahitisants

Tableau III.1. Propriétés de la fonte grise lamellaire EN-GJL-150

Tableau III.2. Composition chimique en élément de la matière première (SA El-Hadjar)

Tableau III.3. Composition chimique du pisé réfractaire

Tableau III.4. Composition chimique du revêtement du four à arc électrique

Tableau III.5. Analyse de la variance (ANOVA)

Tableau III.6. Facteurs étudiés et leurs domaines d'études

Tableau III.7. Expériences réalisées dans le cadre du plan factoriel complet 2^3

Tableau IV.1. Composition massique en manganèse et en silicium de la matière première

Tableau IV.2. Analyse statistique descriptive des teneurs en manganèse et en silicium

Tableau IV.3. Evolution de la teneur en Mn lors du processus de fusion

Tableau IV.4. Paramètres cinétiques de l'oxydation du manganèse dans le four rotatif et le four à arc électrique

Tableau IV.5. Evolution des duretés (Brinell et Rockwell) en fonction de la réduction de la teneur en manganèse à travers les deux fours

Table IV.6. Paramètres du modèle (Eq. 1) corrélant la dureté à la teneur en Mn

Table IV.7. Paramètre du modèle (Eq. 2) reliant la dureté Brinell à la dureté Rockwell

Tableau IV.8. Caractérisation de la fonte grise 'EN-GJL-150' produite

Tableau IV.9. Résultats des expériences réalisées dans le cadre du PCF 2^3

Tableau IV.10. Estimation et test des coefficients du modèle (Eq 13-Chap. III)

LISTE DES ANNEXES

A1 : Norme TGL 15477/03

A2 : Essais métallographiques

A3 : Norme française NFA 32-101

A4 : Type de graphite lamellaire dans les fontes grises



INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Jusqu'à aujourd'hui, la fonte constitue encore la majorité des pièces moulées en métal, soit environ 70% [1]. De plus, les fontes spécifiques sont le matériau de choix pour les corps de pompe à eau de mer, les cylindres de laminoir et les pièces d'engins de terrassement [2]. En effet, la fonte offre une coulabilité élevée et de bonnes propriétés d'usinage, ainsi que des propriétés mécaniques intéressantes [1-2]. De plus, pour les avantages économiques importants qu'elle offre, la fonte est utilisée pour de nombreuses applications telles que les conduites d'eau [3-5], la construction de machines, l'industrie automobile, la fabrication et la transformation des métaux [2]. L'Algérie, pays aux réserves de fer considérables ainsi qu'une importante industrie sidérurgique implantée à EL-HADJAR, fait partie des pays où les métallurgistes sont confrontés au problème d'une forte teneur en manganèse dans la fonte, supérieure à 3 %. Ainsi, et depuis un certain temps, les sidérurgistes ont renoncé à utiliser le minerai de fer local, à forte teneur en manganèse, et ont préféré l'importer, qui s'est avéré moins coûteux. Cependant, tôt ou tard, notre pays sera amené à utiliser ses propres gisements de fer, notamment en fonderie, dont le tonnage est en progression continue.

En effet, la fonte de première fusion dans le haut fourneau, dite fonte d'affinage, produite au complexe d'El-Hadjar est du type « hématite » caractérisée en particulier par une teneur en manganèse élevée d'environ 2,5 à 3,0 %, voire plus. De ce fait, son intégration dans la composition des lits de fusion en fonderie nécessite une démanganisation préalable jusqu'à une teneur convenable de l'ordre de 0,9 à 1,0%, teneur maximale admissible. Aussi difficile soit-elle, son usage en fonderies est devenue aujourd'hui impérative et apparaît comme l'une des voies possibles de relance de l'économie nationale. Actuellement, la majorité des besoins en 'fonte moulable' des fonderies nationales est satisfaite par le biais de l'importation ; ces besoins sont destinés à la production d'environ 50% de toutes les pièces moulées (dont 65% sont en fonte) dans l'industrie mécanique, automobile, etc.

Le problème avec des minerais à forte teneurs en manganèse supérieures à 1 %, est que celui-ci a tendance à s'opposer à la graphitisation en augmentant la stabilité de la perlite, dont la dureté est relativement élevée, ce qui va alors influencer l'usinabilité des pièces moulées. En effet, le graphite, du fait de sa chaleur spécifique relativement élevée par rapport aux autres constituants de la fonte (austénite, cémentite, perlite, etc.) agit comme un retardateur de la vitesse de refroidissement (du fait de son inertie thermique), ce qui va améliorer la coulabilité de la fonte lors de la solidification permettant ainsi un meilleur remplissage des moules. En plus de cela, il y a des problèmes particuliers avec la fonte brute qui a une teneur en manganèse supérieure à 1 % dans le métal chaud pendant le processus d'oxydation car elle va influencer la formation de laitier et poser de sérieux problèmes pour la technologie. En effet, on obtient une grande quantité de laitier qui diminue le rendement et augmente le barbotage.

L'objectif principal de ce travail de thèse était de mettre en place un nouveau procédé de fusion adapté afin de pouvoir utiliser la fonte locale algérienne riche en manganèse, produite par le Complexe sidérurgique d'El-Hadjar, en substitution des fontes de moulage jusqu'alors importées, et ce, dans l'objectif de produire une fonte grise lamellaire répondant à la norme européenne EN-GJL-150 (GG 150 ou FT15D), équivalente de la norme américaine ASTM



A48 Class 20. Ainsi, pour mener à bien ce projet, nous avons mis en place un procédé permettant l'abatement de la teneur en manganèse, en associant l'introduction d'oxygène à une correction de la composition dans deux types de fours en mode duplex : un four rotatif et un four à arc électrique, suivi d'un traitement à chaud du métal dans la poche. Notre motivation principale ici est de fournir des données permettant une contribution dans la relance du secteur sidérurgique national d'une part, et dans les enquêtes concernant le traitement du minerai de fer à haute teneur en manganèse d'autre part, ce qui peut ainsi aider à résoudre certains malentendus et confusions persistants à leur sujet. Plus précisément, la cinétique, l'évolution de la dureté et de la microstructure ont été étudiées dans ce travail

Le deuxième objectif de ce travail de thèse était de réaliser des essais d'usure sur de potentiels outils de coupe moulés à partir de la fonte produite lors de notre procédé de fusion modifié, destinés éventuellement à l'usinage du bois. Pour se faire, nous avons réalisé une approche par la méthodologie des plans d'expériences en adoptant un plan factoriel complet. Nous avons alors étudié les effets sur l'usure de nos échantillons de trois facteurs, à savoir : la vitesse de rotation du tour, la surface de contact et la charge appliquée.

Le présent manuscrit est présenté sous 4 chapitres précédés par une introduction générale et clos par une conclusion générale, tels que :

- ✚ Le premier chapitre présente des généralités sur les fontes et l'influence de l'hérédité des fontes d'affinage sur les fontes grises ;
- ✚ Le second chapitre est consacré aux matériaux utilisés en coupe depuis l'outil élémentaire en acier rapide jusqu'aux outils en carbures métalliques revêtus et céramiques ;
- ✚ Le troisième chapitre décrit le matériel et les méthodes expérimentales utilisés dans le cadre de ce travail ;
- ✚ Le quatrième chapitre présente les principaux résultats obtenus ainsi que leurs interprétations.



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE L'INTRODUCTION

- [1] TEWARY. U, PAUL. D, MEHTANI. H.K, BHAGAVATH. S, ALAANKAR. A, MOHAPATRA. G, SAMAJDAR. I, The origin of graphite morphology in cast iron. *Acta Materialia*, 226 117660. 2022
- [2] BENEDETTEI. M, SANTUS. C, RAGHAVENDRA. S, LUSAUARDI. D, ZANINI. F, CARMIGNATO. S, : Multiaxial plain and notch fatigue strength of thick-walled ductile cast iron EN-GJS-600-3: Combining multiaxial fatigue criteria, theory of critical distances, and defect sensitivity. *International Journal of Fatigue*, 156, 106703. 2022.
- [3] FU. G, SHANNON. B, AZOOR. R, DEO. R, KODIKARA. J: Equations for gap-spanning design of underground cast iron pipes lined with thermosetting polymeric liners. *Tunnelling and Underground Space Technology*, 119 104234. 2022.
- [4] ZHANG. H, LIU. D, ZHAO. L, WANG. J, XIE. S, LIU. S, CHEN. C, Review on corrosion and corrosion scale formation upon unlined cast iron pipes in drinking water distribution systems. *Journal of Environmental Sciences*, 117 173-189, 2022.
- [5] FESENKO. M.A, FESENKO. A.M, : In-mould graphitizing, spheroidizing, and carbide stabilizing inoculation of cast iron melt. *Progress in Physics of Metals*, 21, No. 1, 83–101.2020.



CHAPITRE PREMIER : GENERALITES SUR LES FONTES



INTRODUCTION

Ce chapitre présente une revue bibliographique sur les fontes d'une manière générale ainsi que l'influence de l'hérédité graphitique des fontes de première fusion sur les fontes grises lamellaires.

I.1. GENERALITES

La fonte comme matériau mécanique occupe une place importante dans tous les domaines de l'industrie et ce, grâce à son coût de fabrication très compétitif par rapport aux autres matériaux de l'industrie sidérurgique.

Les fontes sont des alliages de fer et de carbone dont la teneur en carbone est supérieure à 2.14% [1]. La particularité de ces alliages est de posséder un eutectique à 4.3% de Carbone vers 1145 °C, ce qui en fait d'eux des matériaux de fonderie par excellence.

A l'échelle industrielle, outre le carbone, en général 3 à 4%, les éléments constitutifs principaux et leurs teneurs dans les fontes non alliées sont respectivement manganèse : 0.5 à 1.5% ; silicium : 0.5 à 3% ; phosphore : 0.05 à 2.5% et le soufre : 0.15% maximum [1]. Ces éléments d'alliage principaux peuvent être introduits volontairement pour obtenir les spécificités demandées à savoir la stabilité des carbures, la résistance à la corrosion, l'usinabilité ...etc [2].

I.2. Fontes de première fusion

Dans l'industrie sidérurgique, on élabore les fontes directement par réduction des oxydes de fer des minerais dans le haut-fourneau. Elles portent le nom de fontes de première fusion (fontes brutes). Cette fonte est également appelée fonte brute ou fonte d'affinage.

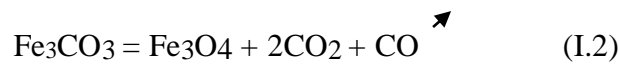
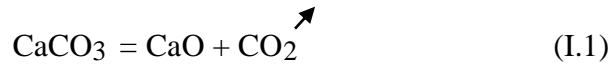
Les facteurs d'élaboration : formes, dimension et caractéristiques constructives du haut-fourneau ; composition chimique et structure minéralogique des minerais, leur proportions respectives dans les charges ; composition et réactivité du coke ; nature des fondants ; mise au mille de coke ; température, pression et débit du vent influent sur la composition chimique et la structure de la fonte élaborée. Toutes les caractéristiques du métal dépendent de sa structure, qui est elle-même caractérisée par : sa teneur en chacun de ses éléments, la loi de refroidissement du métal à partir de sa sortie du haut- fourneau (coulée en sable, en coquille, en moule mixte ; dimension des gueuses et gueusés, forme et dimensions des pièces coulées directement en fonte de première fusion), la teneur en gaz dissous et leur nature, la présence d'une quantité plus au moins grande de germes de cristallisation [3].

Toutes les fontes de première fusion renferment outre le fer et le carbone qui en sont les éléments constitutifs essentiels, du silicium, du manganèse, du phosphore et du soufre. Nous examinerons dans ce qui suit la formation et l'origine des composants chimiques de la fonte de première fusion.



I.2.1. Formation de la fonte d'affinage dans le haut-fourneau

Après son introduction par le gueulard, la charge (minerai, combustible et fondant) perd son humidité. A 300 °C, la réduction de l'oxyde ferrique par l'oxyde de carbone débute ; vers 500 °C, a lieu le début de la décomposition des carbonates qui s'opère vers 700 °C suivant les réactions (1) et (2) :



Au cours de la descente de la charge, la quantité de fer augmente ; la cémentation a lieu à l'état solide, et favorise la fusion du métal. A environ deux mètres au dessus des tuyères, le tiers de la charge est fondu, ce qui correspond à la quasi-totalité de la fonte. Le métal a alors incorporé le phosphore, une forte proportion de manganèse et beaucoup de soufre. La fusion du laitier s'opère quand les charges arrivent au niveau des tuyères, à ce niveau la température atteint environ 2000 °C pour les gaz et 1500 °C pour les solides, la fonte subit par conséquent une oxydation sensible ; les teneurs en carbone, manganèse et phosphore reviennent à leur valeur normale, la première par combinaison direct entre le fer et le carbone, les autres par réduction des oxydes [4, 5].

Le schéma du haut-fourneau est présenté par la figure I.1.

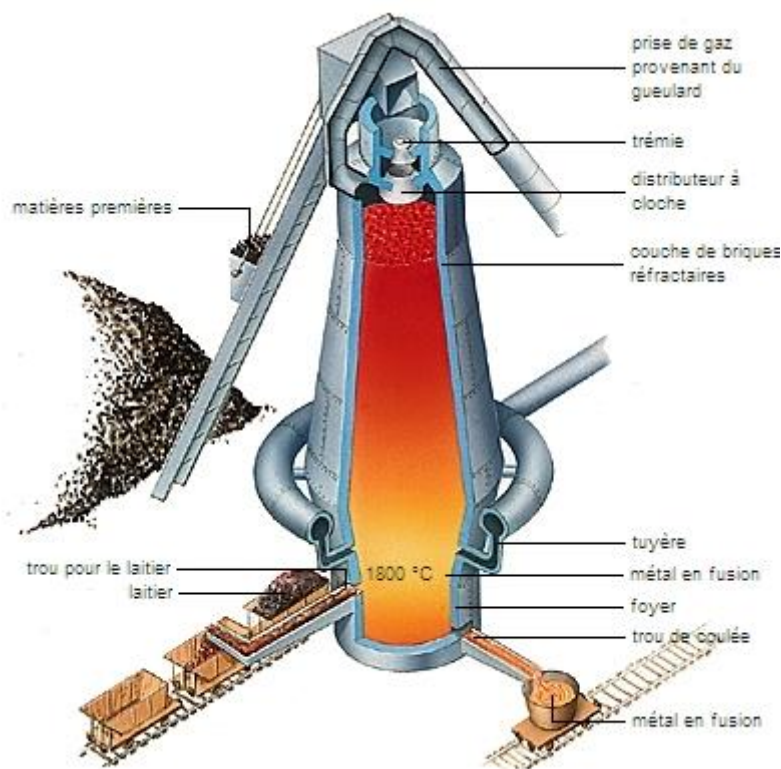


Figure I.1. Schéma du haut fourneau [6]



I.2.2. Composants chimiques des fontes de première fusion

Toutes les fontes de première fusion présentent des composants chimiques communs : carbone, manganèse, phosphore et soufre ainsi que certaines impuretés inévitables telles que le nickel, chrome, magnésium, cuivre, etc qui peuvent passer du minerai à la fonte par hérédité. Considérons brièvement la provenance de ces éléments.

Carbone : la carburation s'opère, par contact avec le coke incandescent dans le creuset, où la fonte s'éjourne avant la coulée. La teneur en carbone est toujours supérieure à celle qui peut être retenue en solution dans le fer Gamma (fer γ) à la température 1450 °C.

Les fontes contiennent donc toutes à l'état solide, du carbone insoluble, quelle que soit la température considérée au dessous de leur solidus (voir Figure I.2).

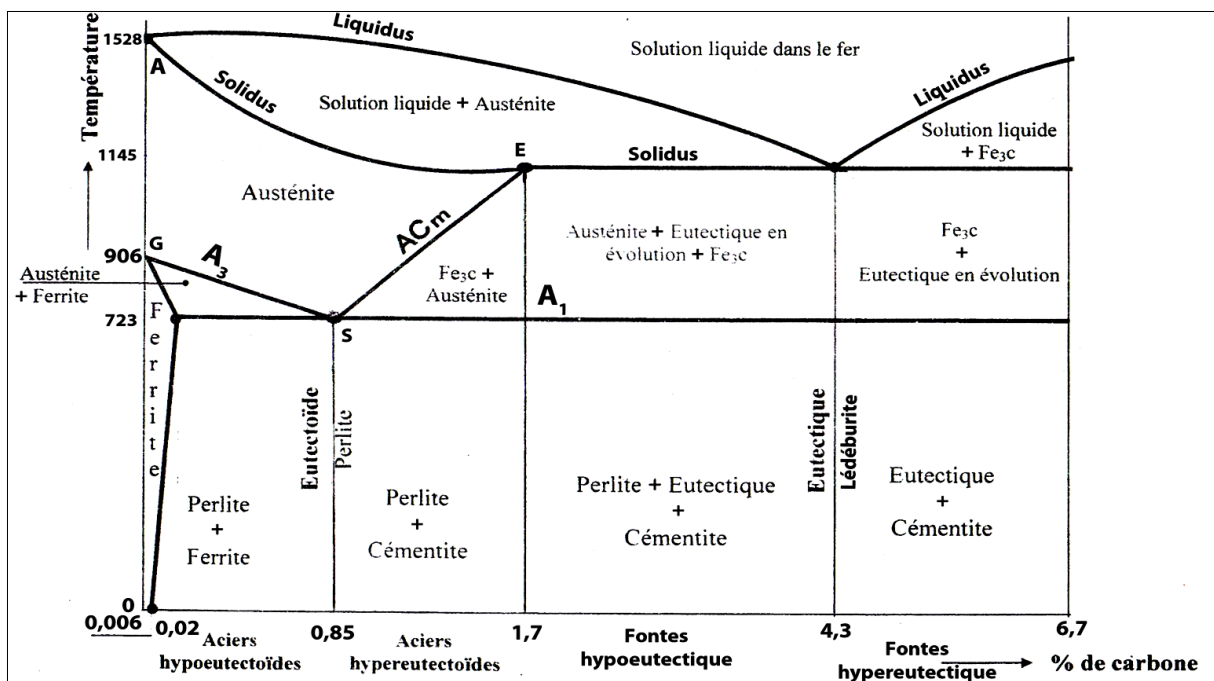


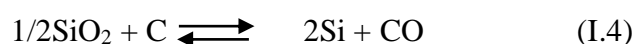
Figure I.2. Diagramme Fer/Carbone simplifié [18]

Le carbone peut se trouver à l'état libre (graphite) ou combiné (Cémentite Fe_3C) selon la réaction (3).



Dans les fontes ordinaires, la teneur en carbone se situe généralement entre 3 et 4% [4,7]

Silicium : Cet élément provient de la réduction d'une partie de la silice libre ou combinée contenue dans les matériaux de la charge (réaction 4). La réduction n'a lieu qu'à partir de 1500 °C. Il ne passe dans la fonte qu'une petite proportion de silicium total contenu dans la charge, la majeure partie se trouvant dans le laitier.

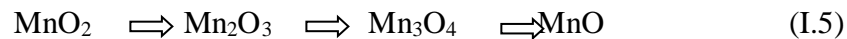




Le silicium joue un rôle essentiel dans la détermination de la structure métallographique d'une fonte, pour les conditions données de coulée et de refroidissement du métal.

La teneur en silicium d'une fonte est généralement comprise entre 0,5% et 4,5% pour l'ensemble des fontes courantes [8].

Manganèse : il provient de la réduction des oxydes de manganèse contenus dans les minerais de fer, ou qui sont ajoutés spécialement pour donner la teneur visée dans la fonte. La réduction se déroule selon la réaction 5 :

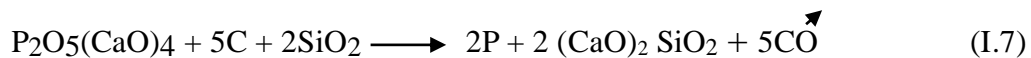


L'oxyde de manganèse est réduit par le carbone solide selon la réduction (réaction 6).



La fonte n'absorbe que le tiers environ du manganèse total de la charge. Les fontes ordinaires contiennent entre 0,5 à 1,5 % de Mn [9, 10]

Phosphore : Il est apporté dans le lit de fusion en forme de phosphates de calcium et sa réduction en présence de la gangue du minerai (SiO_2) est réalisée, grâce à la consommation de carbone solide (réaction 7).



En raison de cette plus grande facilité de réduction, le phosphore passe presque intégralement dans le métal, sous forme de phosphure de fer (Fe_3P).

La teneur en phosphore est très variable dans les fontes, elle est comprise entre 0,05% à 2,5% [3, 7]

Soufre : Il peut être apporté par les minerais sous forme de sulfure de fer, de soufre organique et de sulfates alcalino-terreux. Le plus grand apport en soufre provient du coke des charges. Entre une température de 900 à 950 °C, les sulfates sont progressivement dissociés et le soufre libéré, s'unit au fer réduit pour former le sulfure de fer (FeS) soluble dans la fonte.

En pratique, la teneur en soufre des fontes de haut -fourneau est comprise entre 0,01 % et 0,15 % [11, 12].

I.2.3. Classification des fontes de première fusion

Les fontes d'affinage et de moulage sont utilisées en fonderie. Leur classification est donnée dans les tableaux I.1 et I.2, et ce, selon les normes soviétique GOST 805-89 et GOST 4832-72 [5].

1^{er} Chapitre : Généralités sur les fontes



Tableau I.1 : Classification des fontes d'affinage utilisées en fonderie [5]

Nuance	C	SI	Composant en %										
			Manganèse dans le groupe			Phosphore dans la classe				Soufre dans la catégorie			
			I	II	III	A	b	B	I	1	2	3	4
M1		0.91÷1.30	FONTE			MARTIN	IOCT	805 - 69					
M2		0.51 ÷ 0.90		0.50	1.0								
				+	+	≤0.15	≤0.20	≤0.30	-	≤0.02	≤0.03	≤0.04	≤0.06
M3		Jusqu'à 0.5	0.50	1.0	1.5								
			FONTE D'AFFINAGE			DE QUALITE SUPERIEURE		IOCT 805 - 69					
LBK 1		0.91 ÷ 1.30		0.05	1.0								
LBK2		0.51 ÷ 0.90	≤0.05	+	+	≤0.02	≤0.03	≤0.04	0.05	≤0.015	≤0.025	≤0.025	-
				1.0	1.5								
LBK3		Jusqu'à 0.5											
			FONTE D'AFFINAGE			QUALITE SUPERIEUR		RAFFINEES T I 14 - 15		5 - 24			
LBKP 1		0.91 ÷ 1.30		0.50	1.0								
LBKP2	4.0 - 4.6	0.51 ÷ 0.90	≤0.50	+	+	-	-	-	0.05	≤0.010	-	-	-
				1.0	1.5								
LBKP3		Jusqu'à 0.5											

Tableau I.2. Classification des fontes de moulage [5]

Nuance	C	SI	Composant en %											
			Manganèse dans le groupe			Phosphore dans la classe				Soufre dans la catégorie				
			I	II	III	A	b	B	I	D	1	2	3	4
LK 1	3.5 - 4.0	3.2 - 3.6	FONTE DE MOULAGE			4832 - 72								
LK 2	3.6 - 4.1	2.8 - 3.2	≤0.50	0.51	0.91	≤0.08	0.008	0.13	0.31	0.71				
LK 3	3.7 - 4.2	2.4 - 2.8		+	+		+	+	+	+	≤0.02	≤0.03	≤0.04	≤0.05
LK 4	3.8 - 4.3	2.0 - 2.4		0.90	1.5		0.12	0.30	0.70	1.20				
LK 5	3.9 - 4.4	1.6 - 2.0												
			FONTE DE MOPAR			LE MAGNESIUM								
											IOCT 1751	-	72	
LKP0	3.4 - 3.9	3.26 - 3.75												
LKP1	3.5 - 4.0	2.76 - 3.25		0.51			0.11	0.13	0.31	0.71				
LKP2	3.6 - 4.1	2.26 - 2.75	≤0.50	+	-	≤0.10	+	+	+	+	≤0.02	≤0.03	≤0.04	≤0.05
LKP3	3.7 - 4.2	1.76 - 2.25		0.90			0.20	0.30	0.70	1.20				
LKP4	3.9 - 4.4	1.26 - 1.75												
LKP5	4.0 - 4.5	0.75 - 1.25												

I.3. Fontes de deuxième fusion

Le haut fourneau ne peut conférer à une fonte de première fusion une composition chimique convenable ; quant à son utilisation pour la coulée des pièces dont on exige des caractéristiques déterminées. Il est alors nécessaire de procéder par mélange de plusieurs fontes, voire par addition à un tel mélange d'autres produits. Ces opérations ne se pratiquent aisément qu'en deuxième fusion en fonderie.

I.3.1. Fonte blanche

C'est une solution de perlite et de cémentite (Fe_3C), (Voir Figure I.3). La présence de cette dernière donne à ces fontes une excellente résistance à l'usure et à l'abrasion à froid et à

1^{er} Chapitre : Généralités sur les fontes



chaud, une bonne coulabilité, une mauvaise usinabilité et grande fragilité. Ces fontes sont obtenues par une température de coulée basse, un refroidissement rapide, une teneur élevée en éléments perlitisants (ex : Mn, Cu etc ...) ou une faible teneur en éléments graphitisants ex : Si [4].

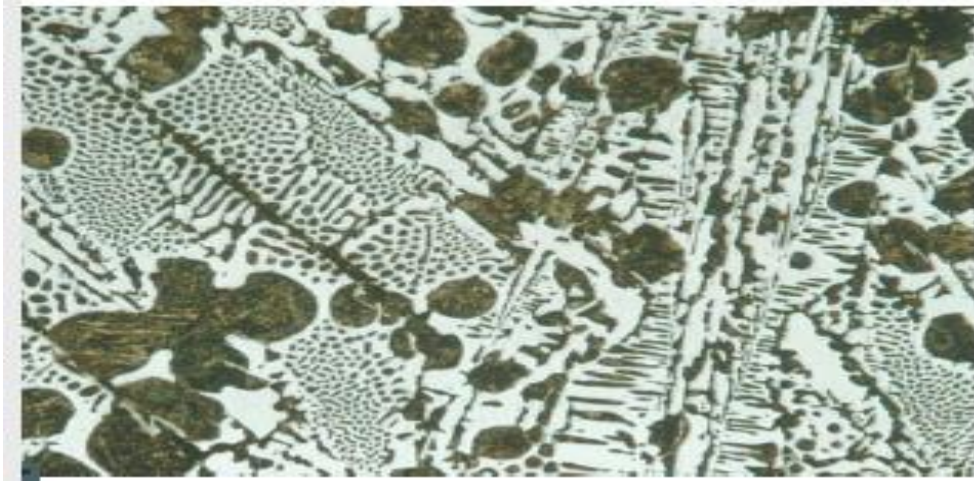


Figure I.3. Microstructure de la fonte blanche [23]

I.3.2. Fonte grise lamellaire

C'est un alliage de Fe-C-Si qui contient comme impuretés inévitables du Mn, P et S (Voir Figure I.4).

Dans la structure de ces fontes, tout le carbone ou sa plus grande partie se trouve sous forme de graphite lamellaire. Par conséquent, l'influence de chaque élément sur les propriétés mécaniques et technologiques de la fonte est très importante. En changeant la composition chimique, il est possible d'obtenir toutes les structures dans les pièces coulées en fonte [13]. Les composants chimiques ont une influence différente sur la matrice métallique et le graphite. Certains d'entre eux favorisent la graphitisation, d'autres au contraire, la freinent. Le tableau I.3 présente l'influence des différents éléments sur la graphitisation [14].

Tableau I.3. Classification des éléments graphitisants et antigrahitisants [14]

Eléments graphitisants	Al	C	Si	Ti	Cu	P	Co	Zr
Eléments anti-graphitisants	W	Mn	Cr	V	S	Mg	Ce	Te



Figure I.4. Microstructure de la fonte à graphite lamellaire (FGL) [25]

I.3.3. Fonte à graphite sphéroïdal

Ces fontes ont été développées depuis 1948. L'addition d'une faible quantité de magnésium ou cérium et d'autres éléments rares dans la fonte grise liquide avant sa coulée conduit à la formation de graphite sous forme globulaire. La microstructure de ce type de fonte est illustrée dans la figure I.5.

La ductilité et la ténacité des fontes à graphite sphéroïdal, sont supérieures à celles des fontes à graphite lamellaire et ce, par manque de l'effet d'entaille. Elles sont très utilisées dans l'industrie grâce à leurs propriétés mécaniques comparables à celles des aciers et de leur faible coût [15].

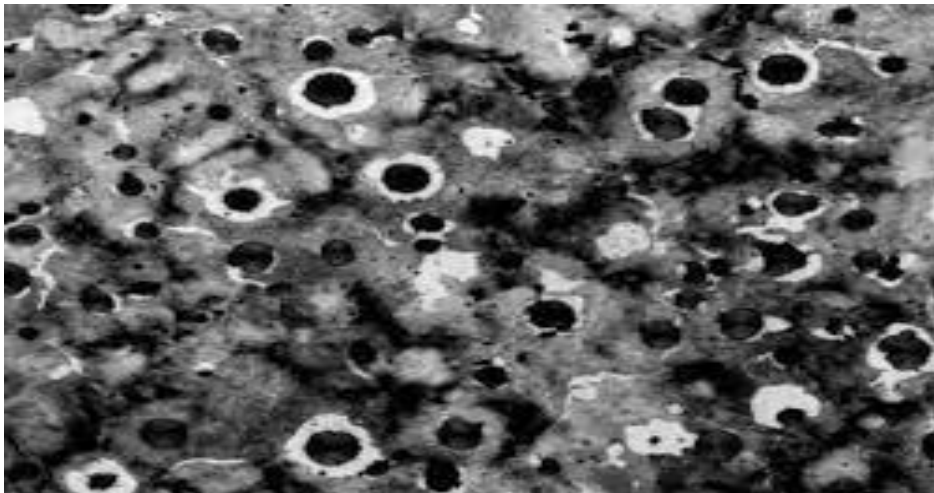


Figure 1.5. Microstructure des fontes à graphite sphéroïdal [25]



I.2.4. Fonte vermiculaire

Dans ces fontes, le graphite se présente sous forme de nodule entre les lamelles et les sphères, aucun effet d'entaille du graphite (Voir Figure I.6). Elles sont obtenues avec addition d'une faible quantité d'éléments sphéroidisants 0.012-0.02%, ou par un traitement combiné d'éléments sphéroidisants et anti-sphéroidisants (Ti, Al etc ...). Ces fontes ont des propriétés mécaniques supérieures à celles des fontes grises lamellaires notamment en matière de résistance et de ductilité. La forme du graphite vermiculaire permet d'obtenir une meilleure conductibilité thermique et une bonne capacité d'amortissement que celles des fontes à graphite sphéroïdal [16].

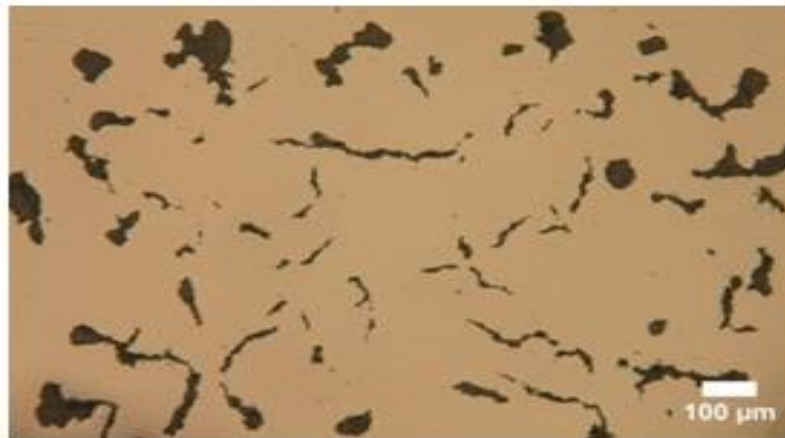


Figure I.6. Fonte vermiculaire [16]

I.3.5. Fontes malléables

Ces fontes présentent une ductilité et une résistance mécanique élevées, qui les rapprochent des aciers non alliés à faible teneur en carbone. Elles sont obtenues à partir de la fonte blanche hypoeutectique sur laquelle on applique un traitement thermique de recuit qui consiste à faire précipiter du graphite à partir de la cémentite (Fe_3C). (Voir Figure I.7)

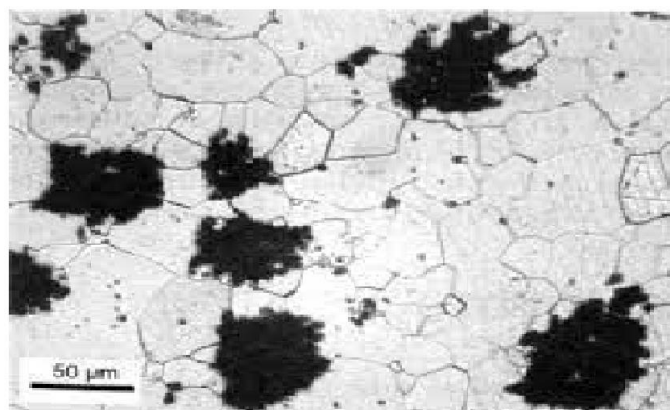
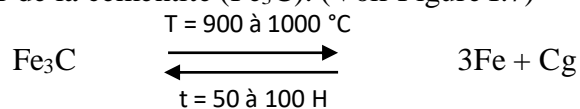


Figure I.7. Microstructure d'une fonte malléable [5]



I.4. Solidification des fontes

I.4.1. Généralités

La solidification est un des changements d'état, qui a une grande importance pratique dans le domaine des matériaux métalliques.

Elle dépend de la présence des germes dans le bain liquide. L'apport des germes étrangers par l'action de l'inoculant favorise la germination.

Le retard à la solidification durant le refroidissement porte le nom de surfusion. C'est elle qui renseigne sur la qualité de la germination et sur le nombre et la taille des germes présents dans la fonte.

D'après Datterson et Ammann [15], la surfusion soit elle est causée par une grande vitesse de refroidissement, dans ce cas la germination est excellente. Soit au manque de germes d'où une germination médiocre [17], (Voir figure I.8).

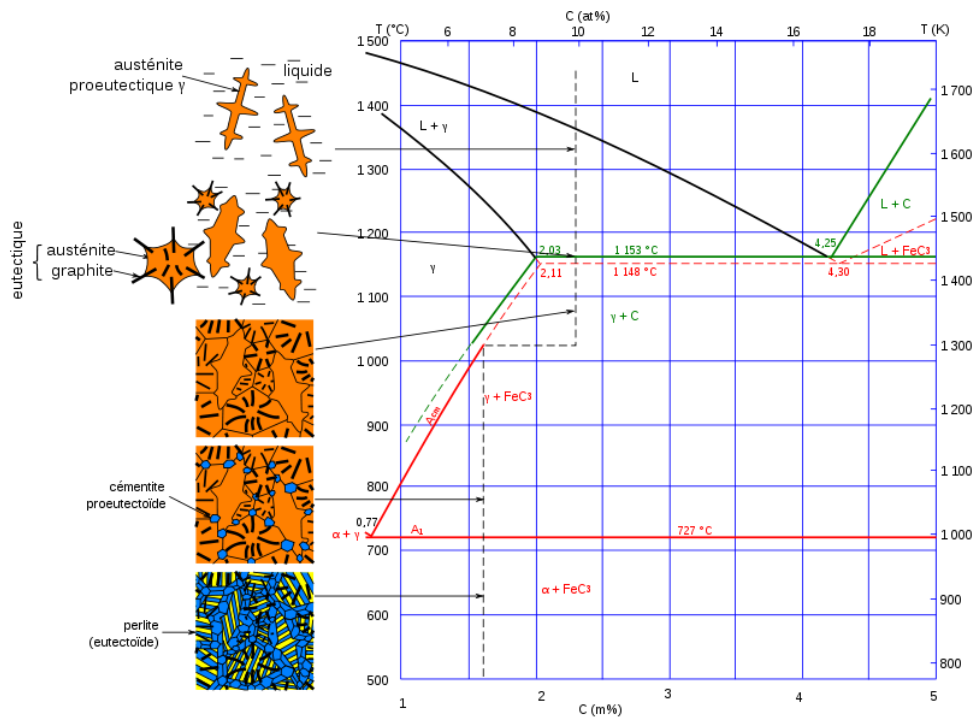


Figure I.8. Diagramme de solidification de la fonte [17]

I.4.2. Solidification des phases primaires et de l'eutectique

La fonte industrielle se distingue par la grande variation des processus de solidification d'où un grand nombre de structures diverses se forment et sont conditionnées par l'existence de transformation eutectique et eutectoïde [18, 14].

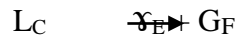


I.4.2.1. Solidification des phases primaires

Dans les fontes hypo eutectiques, la phase primaire est l'austénite. Le germe d'austénite (γ) s'accroît sous forme de dendrite ; son accroissement est favorisé par le processus de la diffusion. Dans les fontes hyper-eutectiques, c'est le graphite qui est la phase primaire pour le système stable ou la cémentite pour le système métastable.

I.4.2.2. Solidification de l'eutectique

L'eutectique commence à se solidifier quand le processus de la cristallisation des phases primaires est terminé. Au cours de cette étape, l'aspect du graphite et le type de la fonte à obtenir sont déterminés. Généralement, l'alliage eutectique se distingue par le fait qu'il ait la température de refroidissement la plus basse de toute la série. La réaction eutectique apparaît quand l'alliage de composition X se solidifie à la température eutectique à environ 1130 °C ; la solidification s'accompagne de la cristallisation simultanée des deux phases solides γ et graphite G de composition bien déterminée.



À l'équilibre, deux phases solide et liquide coexistent au point eutectique C. A pression constante, il découle de la règle des phases que le système à zéro degré de liberté ; c'est-à-dire que la composition du liquide et la température à laquelle il se solidifie sont invariants.

La germination provient de la décomposition des carbures en particulier de la cémentite (Fe_3C). La présence des impuretés telles que Sn, Pb, Bi, Cu... L'hérédité (forme du graphite dans les matières qui constituent, le lit de fusion), la température de coulée et les agents inoculant influent sur la germination du graphite et sa morphologie dans la fonte.

I.5. Corrélation structure - composition chimique de la fonte

Le choix de la composition chimique de la fonte, en fonction de la structure est basé sur les diagrammes structuraux (voir figures I.9, I.10, I.11). Parmi ces diagrammes, seuls ceux de Henry LAPLANCHE tracés en 1946 constituent à présent les meilleurs graphes de prédiction de la structure d'une fonte, ils se rapportent à des fontes industrielles non alliées [19, 20].

On remarque que le diagramme de MAURER (1924) ne tient pas compte de la vitesse de refroidissement (fonction de la température de coulée et massivité du moule). Celui de GREINER (1926) cumulant en ordonnées carbone et silicium n'est pas satisfaisant. En effet, une fonte à 2% Si et 3% C n'équivaut pas à une fonte à 1% Si et 4%C.

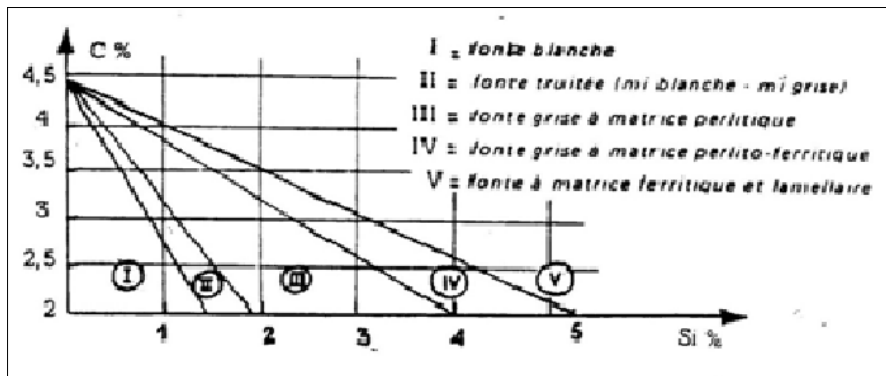


Figure I.9. Diagramme de MAURER [10]

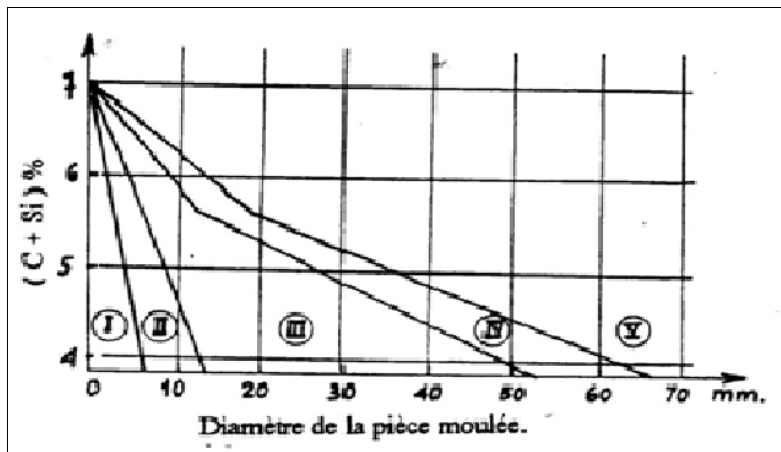


Figure I.10. Diagramme de GREINER [10]

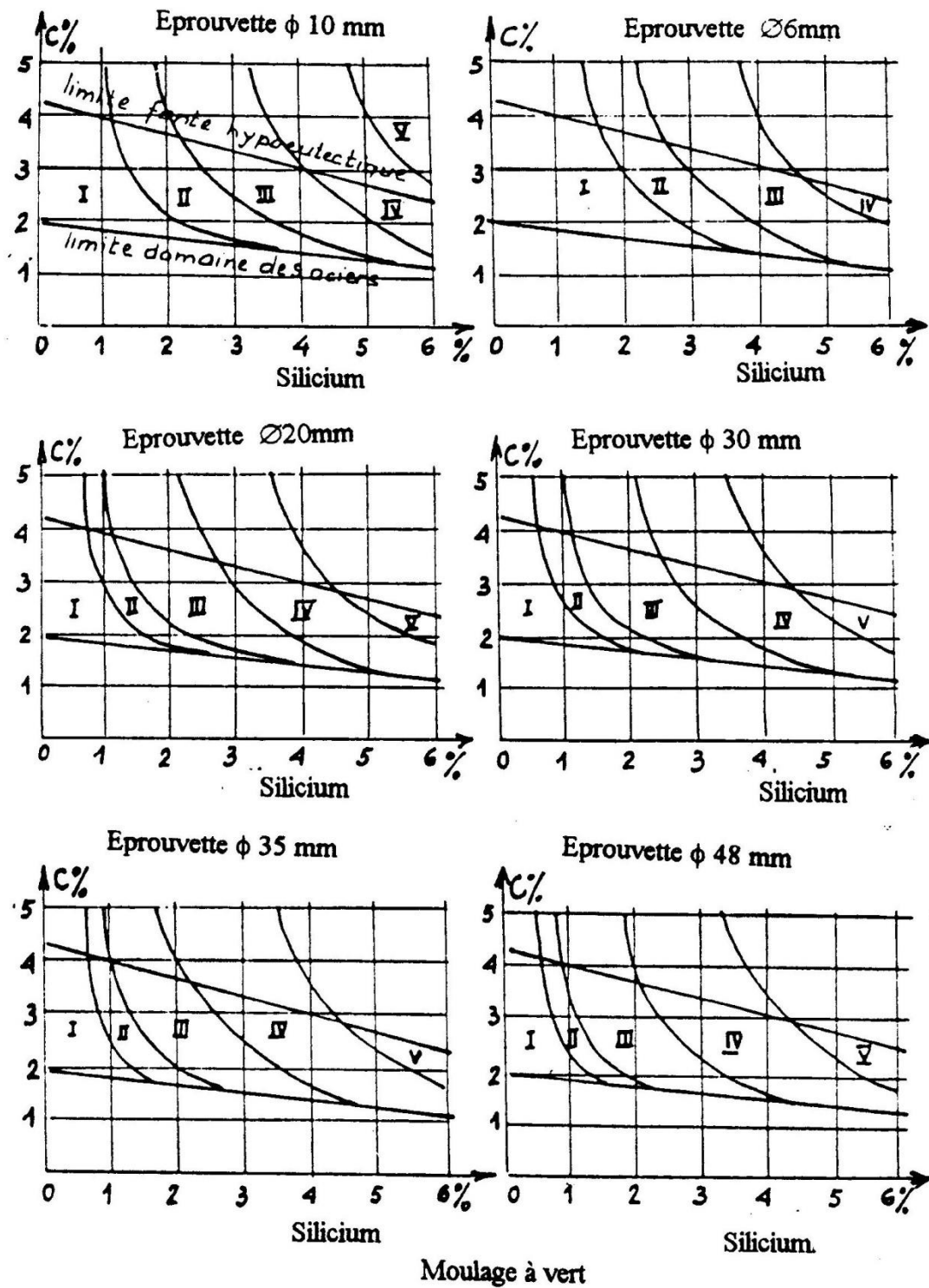


Figure I.11. Relation structure-composition-massivité des pièces moulées (D'après H. LAPLANCHE) [19].



I.6. Influence de la composition chimique sur la structure de la fonte

La solidification de la fonte à graphite lamellaire dans le diagramme stable (Fer/graphite) permet d'obtenir les caractéristiques mécaniques et la microstructure désirée. L'addition de certains éléments d'addition dans le lit de fusion, moule et poche est indispensable. Les éléments d'addition peuvent être graphitisant ou anti-graphitisant (Voir tableau I.3)

I.6.1. Influence du carbone et du silicium

Ces deux éléments se compensent et agissent dans la même direction. En changeant leur teneur, on obtient la structure désirée et éviter la formation de la structure ferritique à graphite grossier. Généralement, dans la fonte industrielle, la teneur des ces éléments est comprise entre 3% et 4% pour le carbone et 1,2% à 3% pour le silicium [14, 18].

L'ajout du silicium dans le bain liquide provoque une augmentation de la température eutectique et eutectoïde de l'alliage. Cette augmentation de températures favorise la solidification dans le domaine stable. Elle provoque aussi la formation des carbures de silicium qui seront des sites de germination pour les lamelles de graphite.

I.6.2. Influence du manganèse

Le manganèse tend à favoriser la fonte blanche où le carbone est à l'état de cémentite. Le Manganèse se combinant au soufre, combat l'action nuisible de celui-ci. Il transforme l'eutectique ternaire (Fe-C-Si) en eutectique quaternaire (Fe-C-Si-Mn) de température légèrement plus basse en se solidifiant en dernier, c'est-à-dire entre les cellules eutectiques, où il, accroît la stabilité de la cémentite en formant un carbone mixte ($\text{Fe}_3\text{C-Mn}_3\text{C}$). Il accroît la finesse des lamelles de graphite. C'est donc un élément carburigène et anti-graphitisant. Il provoque dans le réseau intercellulaire (entre les cellules eutectique), une précipitation de perlite. La largeur du réseau perlitique s'accroît avec le titre de Mn [8, 10].

La teneur minimale de manganèse pour neutraliser le soufre est fixée avec un coefficient K qui varie de 0.1 à 0.26 [20] selon la formule $\text{Mn}\% = 1.7\% \text{ S} + \text{K}$.

Au-delà de cette teneur, le manganèse affine la perlite d'où l'augmentation de la résistance à la traction [21].

Le sulfure de manganèse MnS facilite l'usinabilité des pièces et n'a aucune influence sur les propriétés de la fonte de point de vue dureté, ni sur la morphologie du graphite [22].

I.6.3. Influence du phosphore et du soufre

L'addition du phosphore dans la fonte hypo-eutectique Fe-C-Si forme un eutectique. A bas point de fusion, la stéadite qui stabilise la perlite dans son voisinage n'influe pas sur la ferrite précipitée. Souvent, la teneur du phosphore dans la fonte de deuxième fusion ne dépasse pas 0,15 à 0,20% mais parfois, elle atteint 0,5%.



Le phosphore augmente la coulabilité de la fonte. Au delà de la teneur de 0.1%, il forme un eutectique ternaire Fe-Fe₃C-Fe₃P (steadite) contenant 6.9%P et 2.4%C et dont la température de fusion est de 983 °C [14]. Cet eutectique crée des points durs d'où la difficulté d'usinage.

Le soufre provoque le grossissement des lamelles de graphite c'est-à-dire une impureté nocive. Il a une action blanchissante sur la matrice en stabilisant la cémentite. La teneur en soufre dans la fonte doit être ramenée à une teneur de 0,10 à 0,12% [16, 23].

Le soufre diminue la coulabilité de la fonte et favorise la formation des carbures qui fragilise la fonte. Par contre, en formant des sulfures qui pourront servir de site de germination pour le graphite [24, 25].

I.7. Caractéristique mécanique des fontes grises

Les propriétés mécaniques de la fonte sont déterminées par sa structure et surtout par son composant graphitique. Elles dépendent de la quantité, grandeur et distribution des inclusions de graphite. Par ailleurs, la présence du graphite donne à la fonte des qualités précieuses quant à son utilisation comme matériau de construction [23].

La résistance à la traction d'une fonte est d'autant plus grande que la matrice est plus résistante et le graphite moins abondant. En ce qui concerne la matrice, la perlite est nettement le constituant le plus favorable. Quelque soit les propriétés de la matrice métallique, l'allongement à la traction de la fonte grise est pratiquement nul (0,5%).

En compression, la fonte est susceptible de subir des déformations importantes et la rupture se produit sous forme de cisaillement sous un angle de 45°.

En flexion, l'altération de la résistance produite par les lamelles de graphite est également plus faible qu'en traction, la dureté de la fonte grise HB=143 à 255 Kgf/mm². D'après l'étude de WEIS et ORTHS [23] sur les fontes perlitiques fait correspondre R_m, HB et composition chimique selon la formule suivante :

$$R = 257,4 + 1,31HB - 63,8 (\%C) - 6,25 (\%Si) - 631,4 (\%P)$$

Lorsque la matrice métallique d'une fonte grise a une structure perlitique, elle assure une plasticité des fontes grises lamellaires et forment un ensemble relativement médiocre. Les fontes grises présentent une bonne tenue au frottement et une résistance à la corrosion et conservent la totalité de leurs propriétés de 100 à 300 °C et une bonne tenue au choc thermique [14].

I.8. Influence de l'hérédité de la fonte du haut fourneau sur la fonte grise

L'influence de la matière première sur la qualité des fontes de deuxième fusion est appelée hérédité. Celle-ci se manifeste notamment sur l'aspect du graphite, au niveau de la structure et les propriétés mécaniques. De nombreux travaux ont été entamés dans ce sens.



I.8.1. Historique

En 1950, MICHKOV, étudia la fonte d'affinage sur le blanchissement des pièces coulées. BOGATCHOV, en 1962, indiqua que la présence de germes actifs influe sur la structure de la fonte, BOUBLIK et KARPOV(1963), étudièrent l'influence de la fonte du haut fourneau sur les propriétés des fontes grises.

LEVIL, COLLAUD et THIEME en 1967 étudièrent l'influence de la température de chauffage sur l'hérédité négative des fontes du haut-fourneau. GUEROSTOV et CHEVTCHOUK en 1971, reprirent les mêmes travaux de 1967 et affirmèrent l'augmentation de la température de coulée, l'hérédité est manifestée brusquement. L'hypothèse de BOUBLIK et KARPOV fut confortée plus tard par les investigations de LEVIL et PATTERSON en 1973, KLETSKIN en 1975 POPELINSKI, GEIER en 1978 BANONDIN, VERTMAN et JOUKOV en 1979 déduirent que l'hérédité provoquée par les inclusions non métalliques et gaz influent sur les propriétés de fonderie de la fonte. PLATONOV PETRICHENKO ALEKSENDROV et d'autre (1980) affirmèrent que l'introduction de la fonte d'affinage dans le lit de fusion de la fonte grise permet d'augmenter les propriétés de fonderie de la fonte. Depuis 1970, la littérature s'est enrichie. De nombreux travaux sur l'influence de l'hérédité des fontes d'affinage et son intégration dans la composition du lit de fusion de la fonte grise ont vus le jour.

De ce passage en revue de l'historique, nous retenons quelques axes d'investigations pouvant servir de base à l'obtention de la fonte grise.

I.8.2. Influence de l'hérédité sur l'aspect du graphite

L'hérédité est provoquée par inclusions non métalliques. La dissolution des micro-additions et gaz agissent sur l'état liquide. Ils déterminent le comportement de la fonte pendant la cristallisation et par conséquent ses propriétés de fonderie et celles physico-mécaniques.

Quand la teneur en silicium dans le métal liquide est élevée, le processus de la graphitisation s'accélère et on obtient du graphite ayant de grandes dimensions [19]. Dans des conditions identiques de composition en éléments principaux et de vitesse de refroidissement, deux fontes industrielles, préparées à partir de matières premières différentes, peuvent donner des formes de graphite très différentes et cela est du :

- A la nature des matières premières (forme du graphite dans ces matières qui constitue le lit de fusion) ;
- Au mode de fusion (four rotatif, four à induction, cubilot...);
- Aux traces d'oligo-éléments.

L'hérédité du graphite est plus importante que la fusion est plus rapide et que les particules du graphite de la charge n'auront pas le temps de disparaître complètement. Les nids de graphite grossier ont un caractère héréditaire classique [16].

Ce raisonnement est rencontré dans les travaux de VERTMAN et CAMARIN qui présentent à cet effet, la fonte grise comme une solution troublée par les inclusions non métalliques ; principalement par les silicates ou même par le graphite [26].



D'autre part, nous savons que le germe actif peut créer de grandes quantités de graphite dispersé, ce qui diminue la teneur en carbone dans la solution solide et sur les frontières Austénite-Graphite. Cette condition favorise l'augmentation de la quantité de ferrite dans la fonte, c'est-à-dire, permet de diminuer la quantité de carbone lié [27].

Par ailleurs, l'examen de la fonte liquide comme un système monophasé (sans tenir compte des inclusions étrangères) a révélé des résultats forts intéressants.

Dans cette phase, il y'a plusieurs états de carbone dissout d'ions partiels jusqu'aux grosses molécules qui constituent des polymères complexe de carbone et de fer [24].

Cet avis est compromis entre l'avis quand la fonte liquide est présentée comme une véritable solution ou solution colloïdale [26, 27].

Quant à la nature de l'hérédité, elle est liée avec la quantité et l'état des phases germinales. La composition des germes dépend de l'origine de la fonte du haut- fourneau. Son influence est considérable lors de la production des pièces, à partir d'une fonte à basse teneur en silicium [28].

Pour améliorer la qualité de la fonte et prévenir l'excès de carbone qui se dégage sous forme de graphite grossier pendant la cristallisation, on utilise les gueuses de petites masses. L'amélioration de la qualité de la fonte de moulage à teneur élevée en silicium, obtenue dans le haut-fourneau à température élevée, est plus difficile que celles des fontes d'affinage à basse teneur en silicium, obtenues à basse température [29].

Dans la fonte d'affinage, l'inclusion du graphite est plus petite malgré la haute teneur en carbone et ce, à cause de la composition chimique du laitier. Les teneurs en phosphore et soufre sont elles aussi, plus faibles. La quantité des micro-additions et des gaz avant et après la deuxième fusion sont plus faibles que celle contenue dans les fontes de moulage [9]

La solution commode et de faire une fusion à base d'un lit de fusion blanc, c'est-à-dire contenant la fonte en gueuse blanche sans inclusion de graphite et on ajoute du FeSi. Dans ce cas, la fonte obtenue ne contiendra pas de germe de graphite. Les mélangeurs à indication « MIXER » permettent obtenir une telle fonte [30].

Selon les travaux de TOULATCHERMIT et ZILL, la fonte d'affinage synthétique est obtenue par addition de FeSi dans le jet de coulée de la fonte d'affinage au cours de son évacuation du haut- fourneau. Cette fonte contiendra moins de micro-additions, gaz et inclusions de graphite et la quantité de la perlite dans la matrice est augmentée [31]. La fonte grise obtenue à partir de cette fonte, contient du graphite de petites dimensions (forme favorable) et beaucoup de perlite [30, 28].

I.8.3. Influence de la fusion sur l'hérédité des fontes de première fusion

Selon cet axe, certains avis sur la manifestation de l'hérédité étaient opposés :

Le fait d'augmenter la température de chauffage jusqu'à 1440 - 1450 °C permet de supprimer l'influence négative de l'hérédité [32] ; cette recommandation a été proposée par LEVIL en 1967.



En revanche, des résultats des travaux entamés par GUEROSTSOV en 1971, nous retenons qu'en augmentant la température de surchauffe et particulièrement celle de coulée, les propriétés de l'hérédité se manifestent brusquement [33].

Aussi, d'autres résultats établis juste après, on retient que l'hérédité négative est manifestée faiblement lors de l'utilisation de la fonte du haut-fourneau à basse teneur en silicium [34]. Toutefois, vers la fin de l'année 1970, plusieurs spécialistes et chercheurs ont étudié l'influence de la fusion de la fonte d'affinage dans le cubilot. Les conclusions apparues montrent que le changement des inclusions graphitiques et la matrice métallique de ces fontes est insignifiant après leur fusion au cubilot [22].

Dans ce travail et à cet effet, le but est de contribuer pour la production d'une fonte grise 100% locale, et ce, sans addition de fonte de moulage (importée) en visant des propriétés standardisées de fontes commerciales, à savoir la fonte EN-GJL-150.

I.8.4. Influence de l'hérédité sur la structure et les propriétés mécaniques

Le caractère de formation de la structure d'une fonte est déterminé d'après plusieurs facteurs à savoir, sa composition chimique, la température de surchauffe et de coulée, son temps de maintien et sa vitesse de refroidissement. Souvent pour une même composition chimique, même technologie de fusion et condition de refroidissement, les pièces coulées ont des structures totalement différentes. En pratique, cette différence de structure dans les pièces coulées existe à cause des propriétés issues de la fonte de première fusion, qui à son tour dépend de la matière première, la technologie de fusion dans le haut-fourneau (température de l'air, composition de la charge et du laitier) et les conditions de coulée en gueuse [21].

Les propriétés mécaniques des fontes et la qualité des pièces coulées peuvent être différentes telles que la macro et la microstructure, le blanchissement et formation de différents défauts ce qui est incommode pour la production en série de fait de l'augmentation brusque de rebut [15].

L'influence de la fusion dans le four à induction sur la fonte du haut-fourneau améliore la structure et les propriétés de ces fontes mais leur degré d'amélioration dépend de leur provenance [35]. Pour compenser le manque de silicium lors de l'utilisation de la fonte d'affinage, on ajoute du FeSi dont la provenance et la composition chimique influent considérablement sur le blanchissement de la fonte. Cet état de fait fut admis après observation de la diminution du blanchiment de la fonte modifiée quand on augmente la teneur en calcium et en aluminium dans le FeSi [36].

Le remplacement de la fonte de moulage par la fonte d'affinage nécessite un contrôle obligatoire de la structure et la composition chimique pendant la fusion [37, 38].

L'influence de la fonte d'affinage sur le blanchissement n'est pas évidente. MITCHKOV (1950) [39], pense que se remplacement n'influe pas sur le blanchissement. D'autres chercheurs et spécialistes tels que KLESKIM en 1979 et LEVIL en 1972 ont affirmé que le blanchissement augmente lors de l'utilisation des fontes d'affinage [40, 41].

L'explication réside, dans la diminution de la quantité des germes graphitiques, inclusions non métalliques et l'augmentation de l'azote. On remarque aussi, que la quantité d'azote qui

1^{er} Chapitre : Généralités sur les fontes



stabilise la perlite dans la fonte d'affinage est à peu près de 0,004% tandis que dans la fonte de moulage, elle est de l'ordre de 0,002%.

La fusion à base de fonte d'affinage s'oppose à la formation des fissures à cause de sa teneur en Phosphore [40]. Les tapures représentent 25% des pièces rebutées provenant de la fonte des haut-fourneaux à teneur élevée en silicium [42].

En utilisant la fonte d'affinage, on remarque qu'il y'a augmentation des propriétés mécaniques de 8 à 10% et de la densité des pièces coulées [43]. Par contre, en utilisant la fonte de moulage, on remarque qu'il y a oscillation des propriétés physico-mécaniques [44].

Une comparaison a été faite sur les structures et propriétés mécaniques des fontes grises obtenues à partir des fontes de moulage et d'affinage.

Il ressort que les fontes grises obtenues à partir des fontes d'affinage sont caractérisées par une augmentation de la résistance à la rupture par traction, de la dureté et une diminution des inclusions de graphite, qui sont dispersées et distribuées régulièrement [45].

En considérant l'influence des quantités des fontes d'affinage utilisées dans le lit de fusion, certains supposent que cette quantité est limitée à 10-15% [25], pour d'autres, cette limite atteint les 20% [3] voire même jusqu'à 60% pour les pièces simple [46].

On remarque que l'utilisation de 20% de fonte d'affinage a permis de diminuer les défauts de porosité [45]. En examinant les propriétés mécaniques de la fonte fondue à base de fonte d'affinage et de moulage à teneur faible en silicium, on remarque qu'il y a augmentation des propriétés mécaniques [30, 17, 42, 47].

Nous retenons également des divergences en ce qui concerne la dureté du matériau [47, 48]. Toutefois, au début des années 1980, on affirme que les propriétés mécaniques sont améliorées d'une manière assez faible [46].

L'amélioration des propriétés mécaniques des pièces coulées obtenues à base de fonte d'affinage est expliquée par la perlitisation de la matrice métallique et de la forme du graphite [42, 47].

Actuellement, il n'y a pas d'avis commun sur l'influence des fontes d'affinage sur les propriétés mécaniques des pièces moulées. Pour justifier cela, il faut examiner les méthodes de contrôle et les critères d'estimation des propriétés mécaniques de fontes grises. L'évaluation de la qualité des fontes selon leur teneur en éléments essentiels (C, Si, Mn, P, S) reste non convaincante et incomplète du fait de l'influence de l'hérédité. C'est pourquoi le calcul de la résistance et de la dureté selon le degré de saturation ne convient pas [7]. L'analyse de ces informations scientifiques montre que la nature de la fonte du haut-fourneau (sa fusion dans le haut-fourneau, régime de coulée en gueuse, composition chimique des éléments essentiels et micro-additions influent sur les propriétés des fontes grises.



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I

- [1] PAUCHET. W, Les fontes, techniques de l'ingénieur, réf. TBA 1064, 2004.
- [2] REMY.A, Principe métallurgique de la fusion : Elaboration des fontes, techniques de l'ingénieur, Réf. M3615 V1. 2015.
- [3] LAPLANCHE.H, Etude non publiée sur la composition de la structure des minerais oolithique de lorraine, pont à mousson (1924- 1927).
- [4] CHAUSSIN. C, HILLY G. Métallurgie. Elaboration des métaux tome 2 P127, PARIS, 1978.
- [5] POULOUKHINE. B, Technologie des métaux p 26-31 éditions MIR MOSCOU 1967
- [6] ROST.A, Métaux usuels métallurgie. Caractéristiques emploi P50-53
- [7] COLLAUD. A, THIEME J. Toughness of flake graphite and index of quality and new methods for improving the toughness. Foundry trade J. 122. N°2619 1967.
- [8] LAPLANCHE. H, Les fontes et leurs traitements thermiques. Métallurgie structurale tome 1 p 18-20 P77-78 pyc édition DESFORGES 1976
- [9] VUCHNIAKOV. I, Technologie et organisation de la production N°3 P 9-12 KIEV 1978
- [10] BRETON. H, Manuel pratique de fonderie en fonte P71-72 1966
- [11] DURAND.J, Les fontes, épuration et enrichissement, conférence du centre d'études supérieurs de métallurgie premier cycle p 79-91, &941 -1942
- [12] OLINGER. M, Les origines du soufre dans la fonte N°11 P393 janvier février - mars 1934
- [13] LAKHTINE. I, Métallographie et traitement thermique des métaux édition MIR MOSCOU 1978
- [14] IVANOV. V, Fonderie de fonte département de métallurgie p8 -21 P 30- 68 université de ANNABA
- [15] COLOMBIER. L, La métallurgie du fer P37-39 Dunoud 1948
- [16] DECROP. M, Quelques expériences sur la germination du graphite dans les fontes. Journal de fonderie N°247 septembre 1966
- [17] ALEKSENDROV N. M, Production métallurgique, qualité de gueuse de première fusion N°9 P7-9 1980
- [18] CHAUSSIN. C, HILLY. G, Métallurgie. Alliages métallique tome 1 P50-70 PARIS, 1978
- [19] GEIER. M, Métallurgie de fonderie tome 2 P41-87 PARIS 1978
- [20] GUIRTCHOVITCH.A, Manuel pratique sur les fontes de deuxième fusion LENINGRAND 1978



- [21] GUIRTCHOVITCH. A, Processus de fusion dans les cubilots modernes P159-232 MOSCOU 1952
- [22] ILOUCHINE. B, Vlianie vagranotchonogo prrepava domennogo tchougoun na ego strouctourou I svoistva trouidi toulskodo politekhnika tchekogo institouta toula X p 108-115 1977. (Influence de la fonte de haut-fourneau vagranotshkonogo prrepava sur sa structure et ses propriétés. Travaux de l'Institut polytechnique de Tulsokodo du Tula Kh p 108-115 1977).
- [23] J BARRALIS. G, MAEDER, Précis de métallurgie élaboration structures, propriétés et normalisation P 7-9 PARIS 1983
- [24] JOUKOVA. A, Gueometriicheskaia thermodynamika splavov gelesa (Thermodynamique géométrique des alliages d'hélium), P 229- 1979
- [25] JOURNAL LITEYNOE, Production N°9 P37-38 1958, N°5 p 7-9 1964: N°6 P 7-9 1973; N°1 p30 1971
- [26] VERTMAN .A, CAMARIN A.M. Svoistva rasplavov gelesa (Propriétés des gels fondants), p280 MOSCOU naouka 1969
- [27] BOGATCHOVI.N, Métallographie des fontes P390 Sverdlousk MOSCOU, 1962
- [28] TCHERNOGOROV U.P, Structure et caractéristiques mécaniques des fontes synthétiques N°9 P 26, 1972
- [29] POPELINSKI K.N, Application des fontes obtenues dans les cubilots à partir des gueuses à basse teneur en Silicium p23 MOSCOU, 1971
- [30] ALEKSENDROV N.M, Peredelni domenni tchougoun Iproisvodstve tchougounnogo litia (Conversion de la fonte brute et production de fonte), MOSCOU1980
- [31] VORONOVA I. Katchestvo domennogo liteynogo tchougouna i pout ego povchenia oukrninti, (La qualité de la fonte de haut-fourneau et la voie de son amélioration), 1975
- [32] LEVIL I, Structure et caractéristiques mécaniques des fontes de première fusion de différentes usines métallurgiques N°4 p 25-26 1967
- [33] GUEROSTOV N.F, Pièces moulées obtenues à partir des fontes de première fusion à base de teneur en Silicium pp. 61-11 1971
- [34] JOURNAL LITEYNOE, Production N°4 P 7-10 1958; N°3 P22-23 1969; N°4 P6-11 1971; n°9 P4-5 1958; N°4 P 25 1972; N°8 P 35-36 1971
- [35] LEVIL. I, Structure et caractéristiques mécaniques des fontes de première fusion de différentes usines métallurgiques N°4 p 25-26 1967
- [36] POULOUKHINE B. Technologie des métaux p 26-31, édition MIR, MOSCOU 1967
- [37] PETRICHENKO B.U, Liteyoe proisvodstov, N°9 P 2-3, 1980
- [38] CHEVCHOUK S.A, Liteyone proisvodstov (Liteyone fabrique) P35-36 N°8, 1971
- [39] MICHKOV F.P, Opit pnmenenia peredelnikh tchougounov i vagrantchnom process liteyoe proizvdstov N°5 P 5-7, 1950

1^{er} Chapitre : Généralités sur les fontes



- [40] KLESKIN G. I RABINOVITCH V.D, Production métallurgique, utilisation des fontes de première fusion N°7 P7-8, 1979
- [41] LEVIL. I, Caractéristiques des pièces coulées à base des fontes d'affinage N°4 P 25, 1972
- [42] BOUBLIK. M.A, Production métallurgique. Les fissures dans les gueuses en fonte sulfureuse N°9 P38-39. 1963
- [43] PIVOVARSKI. E, Viskokatchesteveneni tchougoun MOSCOU metllourguia 1965
- [44] KARPOVP.M, Premenie nizkokremnistikh liteynikh tchougounov I vagranke liteynoe proisvodstov N°5 P3-5
- [45] LEVIL. I, Production de la fonte. Coulabilité des fontes N°11 P 23-25, 1973
- [46] KOLESNIKOVA.G , Production de la fonte. Remplacement de la fonte de moulage par les fontes d'affinage N°9 P43-44 1971
- [47] KLETSKIN. G.I, Fonderie de fonte et machine de construction P320 MOSCOU 1975
- [48] LAMY. B, Influence des propriétés rhéologiques des matériaux sur la morphologie des écoulements superficiels de matière et la formation des couches de transfert lors d'un processus de frottement. Tribology series. Vol. 7, Pages 599-608 ,1981.



CHAPITRE II : OUTILS DE COUPE & USURE



INTRODUCTION

Généralement, l'outil de coupe se compose de deux parties bien distinctes afin d'augmenter sa performance et sa durabilité :

- Un substrat : qui a pour rôle de subir les contraintes mécaniques et thermiques lors de l'usinage et avoir une ténacité suffisante, autrement dit, une bonne résistance à la propagation de fissures.
- Un revêtement dont la fonction est d'améliorer la résistance à l'usure, l'inertie chimique et thermique ainsi que le glissement du copeau sur l'outil pour son évacuation.

Globalement, l'outil est endommagé par la présence de phases dures ou des inclusions abrasives du matériau usiné. Sa résistance dépend de sa dureté à chaud, de sa compacité...etc, c'est pour cette raison, la surface de l'outil est dans la majorité des cas est revêtue ou traitée.

Ce chapitre traite les différents matériaux utilisés dans les outils de coupe ainsi que leur endommagement.

II.1. GENERALITES

Aujourd'hui, de nombreux types de matériaux d'outils, allant de l'acier à haute teneur en carbone à la céramique et aux diamants, sont utilisés comme outils de coupe dans l'industrie métallurgique. L'outil de coupe doit être tenace pour résister aux chocs rencontrés lors de l'usinage, il ne doit pas se déformer plastiquement et sa déformation élastique doit être minimale afin de garantir une bonne précision de coupe, il doit être également dur pour résister à l'usure et ainsi supporter les hautes températures atteintes durant les opérations de coupe. Malheureusement, ces propriétés ne vont, en général, pas de pair et l'amélioration de l'une d'entre elles se fait au détriment des autres. L'association de ces qualités au sein d'un seul matériau est ainsi difficile à obtenir, d'où l'utilisation de matériaux composites.

Les matériaux pour outils de coupe sont ainsi formés d'une partie réfractaire, qui assure la résistance à la déformation, et d'une partie métallique liante qui confère à l'outil sa ténacité.

Un outil de coupe doit avoir les caractéristiques suivantes afin de produire des pièces de bonne qualité et économiques :

Dureté : la dureté et la résistance de l'outil de coupe doivent être maintenues à des températures élevées, également appelées dureté à chaud.

Ténacité : La ténacité des outils de coupe est nécessaire pour que les outils ne s'écaillent pas ou ne se cassent pas, en particulier pendant les opérations de coupe interrompues.

Résistance à l'usure : La résistance à l'usure signifie l'obtention d'une durée de vie acceptable avant que les outils ne soient remplacés.

Les matériaux à partir desquels les outils de coupe sont fabriqués sont tous caractérisés par leur dureté et leur résistance. Il existe une large gamme de matériaux d'outils disponibles pour les opérations d'usinage.



II.2. MATERIAUX POUR OUTILS DE COUPE

II.2.1. Aciers rapides

Les aciers rapides ont été inventés pour la première fois par les Américains Taylor et Whites en 1903 [1]. Il est utile de souligner que pour chaque nuance d'acier rapide, il existe une limite à la qualification à la matière (par exemple, un outil de fraisage en nuance HS 6-5-2 ne pourra pas usiner dans des conditions d'usinage industriellement un acier de dureté supérieure à 350 HB). Malheureusement, il est très difficile d'établir des règles par défaut car ces valeurs dépendent du type d'outil (foret, fraise, alésoir...) entre autres; seuls les essais couple outil/matière peuvent mettre en évidence ces limites.

II.2.1.1. Aciers rapides au tungstène

Le tungstène a été le premier élément d'addition principal utilisé. L'acier de base HS 18-0-1 a été longtemps le plus employé.

C'est en 1912 que l'Allemand Becker proposa l'addition de 5 % de cobalt et créa la nuance HS 18-1-1-5. Le rôle du cobalt est de stabiliser les carbures à chaud. La dureté à chaud s'en trouve donc améliorée et, par conséquent, la capacité à supporter les vitesses de coupe plus élevée.

II.2.1.2. Aciers rapides au molybdène

Bien que découverts vers 1910, les aciers rapides au molybdène n'ont connu leur développement qu'à partir de 1945, en raison de la pénurie de tungstène durant la seconde guerre mondiale.

Ce développement tardif est dû au risque de décarburation et de démolibdénisation de ces aciers, tant au cours de leur fabrication qu'au cours des traitements thermiques, ainsi qu'à leur susceptibilité à la surchauffe dû à un domaine de température d'austénitisation très étroit.

Alors que les aciers rapides au tungstène peuvent être traités dans des fours à air, les aciers rapides au molybdène nécessitent des traitements thermiques en bains de sel ou en four sous vide.

II.2.2. Carbures métalliques

Les outils carbures sont aujourd'hui très utilisés. Ils sont constitués essentiellement de carbure de tungstène (phase α), et de carbure de titane, de tantale ou de niobium (phase γ) et d'un liant généralement le cobalt (phase β). Le rôle de l'addition du carbure de titane, de tantale ou de niobium est d'augmenter les propriétés à haute température (vitesse de coupe élevée) par la réduction des frottements. C'est aussi de diminuer l'usure de la face de coupe en réduisant la diffusion du carbure de tungstène entre l'outil et le copeau. Notant que l'accroissement de la proportion de carbure de titane entraîne une augmentation du coefficient de dilatation ce qui peut conduire à des variations dimensionnelles néfastes dans le cas de l'usinage de précision.

Le carbure de tungstène, élément dur, conserve une résistance à l'usure à température élevée correspondant à des vitesses de coupe élevées. Le cobalt constitue le liant entre les grains de carbure. Il confère au corps fritté une bonne ténacité. Les principales évolutions des outils de coupe à base de carbures sont [2]:



- les nuances à micro grains,
- l'évolution des géométries,
- La généralisation des plaquettes indexables.

Certains carbures à base de grains ultrafins sont appelés "micro-grain". Ils sont caractérisés par une structure granulométrique très fine de carbure de tungstène d'une taille de 0.2 à 1µm liée par une quantité de cobalt allant de 8 à 20%. Les nuances à micro grain permettent un bon compromis dureté/ténacité. Ils permettent aussi d'utiliser des angles de coupe positifs. La faible dimension des grains permet une grande finesse d'arête et l'obtention des états de surfaces soignés. Ils sont utilisés pour des conditions de coupe sévères et pour des matériaux difficiles à usiner.

Depuis le début de leur utilisation dans l'industrie et la mise au point de géométries d'outils adaptés à chaque usinage spécifique, le passage de la coupe négative à la coupe positive diminue les efforts de coupe et les usures des outils. La création de divers brise-copeaux augmente le fractionnement de celui-ci et la durée de vie de l'outil. Ces derniers ont permis d'améliorer les conditions d'usinage des matériaux. La commercialisation des plaquettes indexables affûtées de grande précision a conduit à des meilleurs états de surfaces et à une généralisation de l'utilisation des carbures métalliques frittés.

II.2.3. Carbures revêtus

Les propriétés de nuances des carbures non revêtus constituent un compromis entre la résistance à l'usure et la ténacité. Ces qualités varient en sens inverse selon le pourcentage des constituants. Les carbures revêtus sont mis au point dans le but d'associer une résistance élevée à l'usure de la surface des plaquettes et une haute ténacité du substrat. Les matériaux déposés en revêtement sont très nombreux. Les plus courants sont :

- Nitrure de titane TiN
- Oxyde d'aluminium Al₂O₃
- Carbure de titane TiC
- Carbonitrure de titane TiCN
- Alumino-nitrate de titane TiAlN.

Chacune de ces couches apporte à l'outil une amélioration dans un domaine particulier. Les dépôts multicouches sont réalisés afin de combiner les différents avantages. Ces couches sont obtenues généralement par CVD (Chimical Vapor Diposition) ou par PVD (Physical Vapor Diposition) [3].

II.2.4. Céramiques

Les céramiques présentent de bonnes caractéristiques thermomécaniques. Ces dernières leur permettent d'être utilisées en coupe continue. Par contre, dans le cas de coupe intermittente, ces caractéristiques favorisent les ébréchures du bord des plaquettes et du craquage thermique.

Les outils de coupe en céramiques sont divisés en deux catégories :

- les céramiques à base d'oxyde d'aluminium Al₂O₃. Les céramiques pures sont à base d'Al₂O₃ mais contiennent un peu de zirconium (ZrO₂) qui permet d'augmenter la ténacité, tandis que les céramiques mixtes contiennent jusqu'à 30 à 40% de TiC ou TiB₂.



- les céramiques à base de nitrure de silicium Si_3N_4 (Sialon) possèdent de très bonnes propriétés thermiques. Leur haute ténacité et leur faible coefficient de dilatation font des Sialons des outils très résistants aux chocs thermiques. En contrepartie, ce sont les outils les plus fragiles.

II.2.5. Cermets

Ils sont constitués principalement de TiC ou de TiC/N. Ils ont rapport aux métaux durs conventionnels une densité beaucoup plus faible avec une dureté et une résistance à l'usure plus élevées. Les forts coefficients de dilatation thermique des cermets ($7 \text{ à } 9 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$) du au TiC et TiN par rapport aux outils carbures (WC) sont coresponsables de la faible résistance des cermets aux chocs thermiques. C'est également ce qui explique leurs faiblesses lors de l'usinage à coupe interrompue. Le remplacement de TiC par le TiN qui possède la plus grande conductivité thermique, a permis d'améliorer la résistance des cermets aux chocs thermiques. Les cermets sont utilisés pour la finition et l'usinage de précision demandant de grandes vitesses de coupe et de faibles avances. Ils se rapprochent ainsi des domaines d'utilisation des céramiques en étant toutefois résistants. Leur emploi diminue ou supprime le collage de copeaux, évitant ainsi les arrachements sur les matériaux malléables (inox, acier doux) et conduit à une durée de vie accrue.

On obtient avec ces matériaux des outils pouvant avoir des duretés de l'ordre de 1500 à 2000 HV. Leur dureté à chaud permet de faire des usinages dans des conditions extrêmes : 1000°C .

II.2.6. Revêtements

Afin d'améliorer les performances des outils, l'emploi de revêtements est devenu très fréquent. Les matériaux utilisés pour ces derniers peuvent être classés en quatre groupes [4] :

- Revêtements à base de titane (TiC, TiN, TiB_2 , TiCN) souvent complétés par de l'aluminium (TiAlN, TiAlON),
- Revêtements céramiques ;
- Revêtements ultra-durs (diamant, PCBN);
- Revêtements autolubrifiants avec MoS_2 ou WC en couche externe

Les revêtements sont constitués d'une couche unique ou d'une superposition de plusieurs couches de matériaux différents dont l'épaisseur totale n'excède généralement pas $5 \mu\text{m}$. Qu'il soit de type CVD ou de type PVD, le procédé de déposition consiste à créer un lien étroit entre le substrat et son revêtement.

II.2.6.1. Rôle des revêtements

Le but recherché dans l'application de revêtements sur les outils est de minimiser l'usure des outils durant l'usinage des matériaux.

Le dépôt étant de très faible épaisseur (de l'ordre de microns), ce dernier apporte des caractéristiques de résistances mécaniques et permet de protéger le substrat par une couche indestructible.



En outre, l'apport du revêtement est d'apporter une protection vis à vis de la température ainsi qu'une résistance en milieu réactionnel[5-7]. Souvent les caractéristiques recherchées des revêtements sont[8]:

- Bonne adhésion au substrat ;
- Résistances aux pressions superficielles importantes ;
- Bonne isolation thermique ;
- Incompatibilité chimique avec les éléments constitutifs du matériau usiné,
- Bonne résistance à l'oxydation sous l'effet d'une température élevée ;
- Bon coefficient de frottement pour éviter l'usure par le frottement du copeau.

Les revêtements modernes sont généralement à base de :

- carbure (titane, hafnium, zirconium, niobium, etc.) ;
- nitrure (bore, aluminium, chrome, titane, etc.) ;
- titane (bore, carbone, etc.) ;
- diamant.

Ces revêtements modernes permettent d'atteindre les propriétés physico-mécaniques suivantes [9] :

- dureté comprise entre 1800 à 4500 Hv
- conductibilité thermique de l'ordre de 11 à 35 W m⁻¹K⁻¹
- module d'élasticité compris entre 300 et 600 daN/mm²

II.3. COMPORTEMENT DU MATERIAU A L'USURE

L'usure est la cause principale de détérioration des pièces de machines, en général et particulièrement celles qui comportent un très grand nombre de points de frottement (paliers à glissement, coulisseaux, pistons, glissières, cames...). La série d'essais à l'usure nous permet d'établir une qualification du matériau élaboré.

Cette étude a été entamée en vue d'une éventuelle utilisation de ce matériau comme élément de frottement et pour une acquisition d'une part de marché. Aussi, elle servira de contrôle des paramètres physico mécanique obtenu précédemment sur ce produit.

II.3.1. Définition de l'usure

Sachant que l'usure est la perte superficielle de substance d'un corps frottant, causée par action mécanique ou physico-chimique. Du point de vue mécanique, ce phénomène est représenté par la courbe ci-dessous, intensité d'usure en fonction du temps.

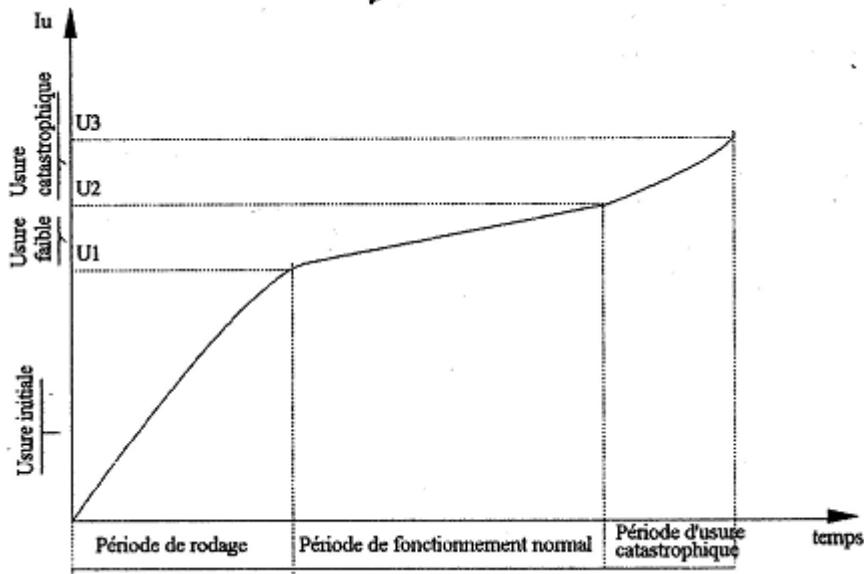


Figure. II.1 : Courbe d'usure [11]

Pendant la période de rodage l'usure se fait très rapidement, à vitesse régulièrement décroissante. Il est nécessaire de prendre les précautions suivantes :

- Surveiller l'échauffement
- La charge appliquée doit augmenter progressivement
- La vitesse de fonctionnement doit être progressive
- Le lubrifiant doit être propre et sous forme d'un film d'épaisseur optimale

Au cours de la période de fonctionnement normale, l'usure est presque constante, c'est l'état qui correspond à la durée de vie d'un système. La période d'usure catastrophique se caractérise par une usure accélérée, et par des incidents de plus en plus graves jusqu'à la destruction du système [10, 11].

En général, ce phénomène s'articule autour de plusieurs facteurs dont les principaux sont : nature du matériau, surface de contact, condition de travail, etc.....

En effet, les études de caractéristiques physico-chimique et mécanique montrent que la dureté du matériau joue un rôle capital dans le comportement à l'usure. Il y a lieu de rappeler que les matériaux devant subir un traitement permettant d'élever leur dureté sont tributaires d'une utilisation rationnelle à l'échelle industrielle [12, 13].

Par ailleurs, la tribologie met en évidence le rôle des surfaces de contact quand à leur adhésion lors de leur mise en service. Lorsqu'un corps se déplace par rapport à un autre, il se produit une résistance au mouvement communément appelé friction. Elle est généralement attribuée à des interactions entre deux surfaces de contact.



II.3.2. Types D'usure

L'usure des outils de coupe est la conséquence de multitudes de phénomènes présentés ci-dessous :

II.3.2.1. Processus D'abrasion

Lors de l'opération d'usinage, la matière (pièce usinée et copeau) frotte avec des pressions de contacts importantes sur l'outil. Suivant la constitution physico-chimique (nombre, nature, composition et proportion des phases) et la structure (répartition et agencement des composants de l'alliage : forme, dimensions, arrangement) la matière est plus ou moins abrasive par rapport à l'outil (figure II-2).

Si la matière contient des constituants durs (aluminates, nitrure, carbure, oxyde par exemple) et que ces derniers sont plus durs que l'outil, il y aura usure par abrasion de l'outil.



Figure II-2 : Processus d'usure par abrasion [13]

Ce type d'usure peut être, soit :

- homogène : dans le cas d'une matière où les constituants sont régulièrement bien répartis ;
- localisée : dans le cas de conditions de coupe particulières : écrouissage, apparition d'oxyde de grande dureté lors de l'usinage.

II.3.2.2. Processus D'adhésion

Ce mécanisme d'usure est dû aux états de surface du copeau, de la forme de la pièce et de l'outil. En effet, lors de l'usinage, ces entités frottent les unes contre les autres. Les rugosités et micro rugosités de ces surfaces, par contact et sous l'influence de fortes pressions provoquées par l'usinage, vont générer des microsoudures. Ces dernières se créent et se rompent très rapidement au cours de l'usinage. Ce processus continu donne naissance à :

- l'apparition d'arêtes rapportées si les microsoudures sur l'outil sont plus résistantes que celles du copeau ;
- l'usure de l'outil si la micro soudure sur le copeau est plus résistante que celle de l'outil. Ce type d'usure est très faible et généralement insignifiante.



II.3.2.3. Processus de fissuration

Lors de l'usinage, l'outil est soumis à de très fortes contraintes thermiques et mécaniques. Les contraintes thermiques à l'interface copeau / outil peuvent atteindre environ mille degré.

En outre, la déformation plastique du matériau conduit, par réaction, à des contraintes qui provoquent flexions et vibrations de l'outil. En effet, les matériaux usinés sont, par nature, souvent hétérogènes (phase). Il y a donc variation rapide des contraintes. La combinaison des hautes températures (choc thermique en début d'usinage) et des vibrations peut engendrer des fissures au sein de l'outil.

II.3.2.4. Processus de déformation plastique

Si l'on caractérise un usinage en prenant comme paramètres la température (interface outil/copeau) et la pression exercée sur l'outil, on aura un domaine de fonctionnement.

Les pressions sont très importantes (de l'ordre de 70 à 80 daN/mm² pour un matériau semi-dur à titre d'exemple) et les températures à l'interface outil/copeau ou outil/pièce de l'ordre de 1000 °C.

Dans le cas d'une plaquette en WC (majorité des plaquettes) : pour ces températures et pressions, on se trouve dans le domaine de déformation plastique du WC [14] ce qui provoque par conséquent une modification plastique de l'arête de l'outil de coupe.

II.3.2.5. Processus de diffusion (physico-chimique)

La diffusion de matière de l'outil vers le copeau est un phénomène de transfert qui ne peut se produire qu'à des températures élevées. Ces zones de températures élevées se situent à l'endroit du frottement du copeau sur l'outil. En outre, ce sont aussi des zones de forte pression car le copeau exerce des contraintes sur l'outil.

Les hautes températures, ainsi que les pressions et la vitesse relative de défilement du copeau, permettent de donner suffisamment d'énergie (élévation de température) aux atomes pour que ceux-ci puissent passer de l'outil au copeau. Ce phénomène est grandement accentué par les affinités chimiques que l'on peut trouver entre les atomes du matériau usiné et les atomes de l'outil (figure II-3).

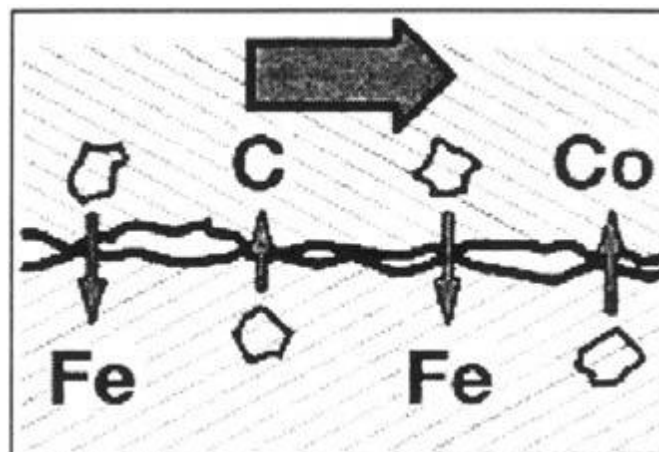


Figure II-3 : Processus d'usure par diffusion [8]



II.3.2.6. Processus d'oxydation (physico-chimique)

Le milieu de l'usinage est constitué :

- de l'oxygène dans l'air ;
- des hautes températures ;
- de l'eau dans les huiles de coupe solubles.

Avec l'élévation de température de l'outil, la vaporisation de l'eau contenue dans les huiles solubles au contact de l'outil et l'oxygène de l'air provoquent localement une dégradation de l'outil par oxydation de ce dernier (figure II-4).

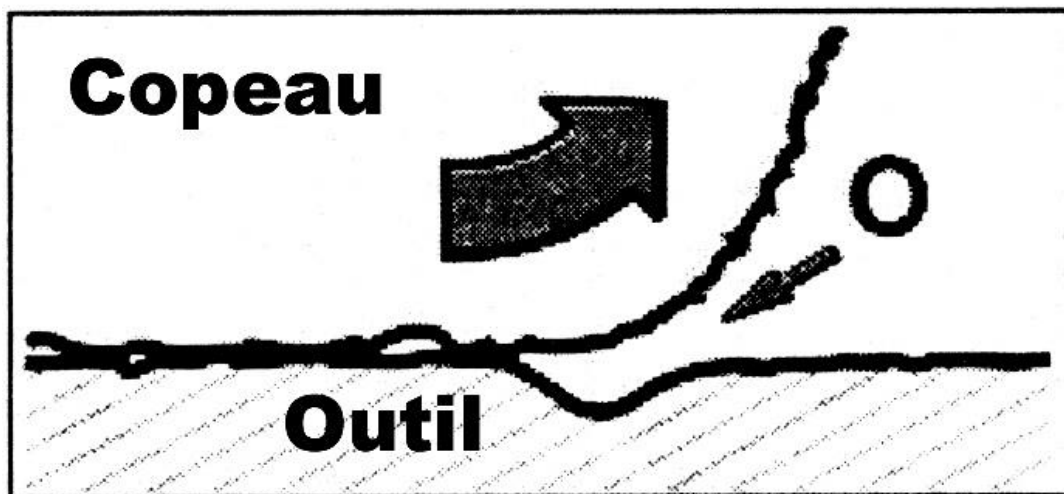


Figure II-4 : Processus d'usure par oxydation [8]

En outre, le potentiel redox des matériaux diminue avec la température ce qui favorise le processus d'oxydation des outils.

II.3.2.7. Processus combiné

Au cours de l'opération d'usinage, l'ensemble de ces processus se produit. Suivant les conditions d'usinage, certains processus sont favorisés par rapport à d'autres.

Généralement, on peut dire que :

- les processus d'abrasion et d'adhésion sont favorisés lors des usinages à faibles températures et vitesse de coupe. En effet dans ces cas de figure, il n'y a pas de formation de couche de glissement due à la température ou aux vitesses élevées. Cela provoque généralement grippage ou arrachement.
- les processus de diffusion, de déformation plastique, d'oxydation sont favorisés par l'augmentation de la température et les vitesses de coupe. Ces phénomènes sont mis en évidence par le diagramme de KONIG [15,16] (Voir Figure II.5).

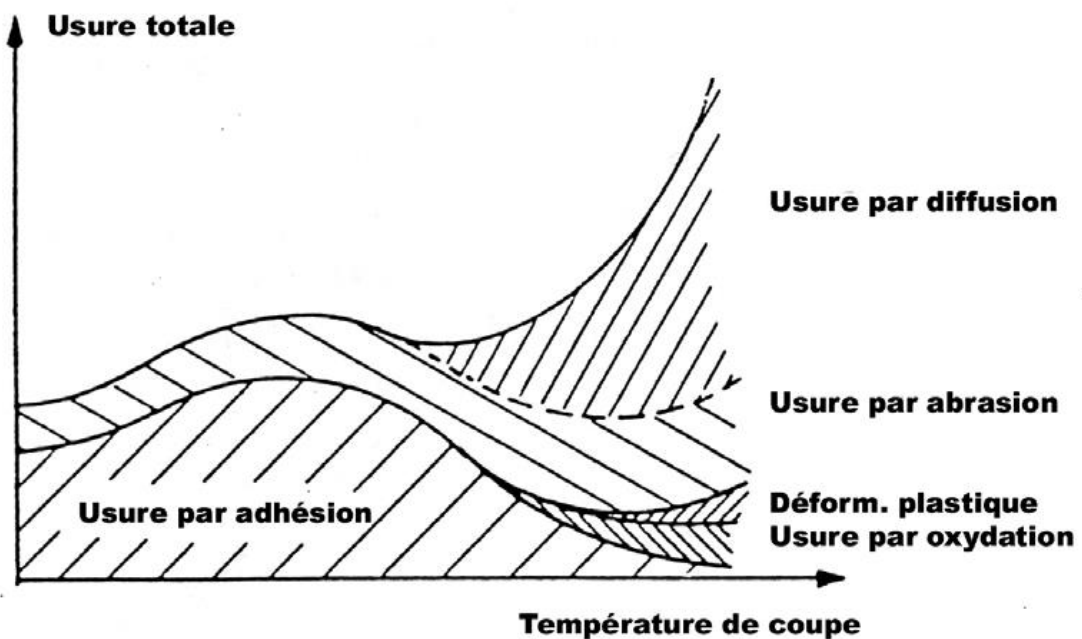


Figure II-5 : Diagramme de combinaison des différents processus d'usure en fonction de la température d'usinage [3]

II.4. CONCLUSION

L'usinage des matériaux durs nécessite des outils de coupe ayant une dureté maximale et une bonne résistance à l'abrasion et une très bonne ductilité. Ils doivent rester passifs chimiquement par rapport au matériau usiné.

Les carbures, cermets et aciers rapides utilisés en tournage ont une tenue à l'usure limitée et leur usage parfois impossible lorsqu'il s'agit d'un usinage caractérisé par une grande dureté et une résistance à l'usure élevée. C'est pourquoi depuis quelques années, les outils de coupe revêtus occupent une place de plus en plus importante dans le monde de l'usinage. Leur dureté peut atteindre jusqu'à 2000 voire 3200 Hv et des coefficients de frottement faibles ; c'est le cas des revêtements en carbure de titane TiC, nitrure de titane TiN, carbonitrures de titane TiCN ou l'alumine Al₂O₃.



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE II

- [1] SCHALLER. R, AMMANN. J.J, MARI. D, MAAMOURI. M, Mechanical Properties of Tungsten Carbide-11 Cobalt (WC-11Co) Studied by Internal Friction, Symposia paper, pp. 510-524, 1992.
- [2] SCHWARZKOPF. P, KIEFFER. R, Refractory Hard Metals (The MacMillan Company, New York, 1953.
- [3] ACHOUR. A, Etude du comportement en usure des outils de coupe en fonction du revêtement. Thèse de doctorat d'état. Université Mentouri Constantine, 2006.
- [4] FEUSIER. G, PhD Thèse N°1659, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 1997.
- [5] KUSTAS. F.M, FEHREHNBACHER. L.L , KOMANDURI. R , Nanocoatings on cutting tools for dry machining, CIRP Annals, Vol. 46, Issue 1, Pages 39-42, 1997.
- [6] Trent. E.M, Metal cutting, Butterworth Heinemann, Book, Third edition, ISBN 978-0-7506-1068-1., <https://doi.org/10.1016/C2009-0-25057-4>.1991
- [7] ZUHA. Z, PING. C, Study of cold welding caused by friction in metal cutting. Wear, n°201, 1996
- [8] NOUARI. M, Modélisation de l'usure par diffusion des outils de coupe en usinage à grande vitesse. Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine - Metz, 2000.
- [9] Van LUTTERVELT. C.A, Present situation and future trends in modelling of machining operation, 1998.
- [10] BOITEL. D, HAZARD. C, Guide de la maintenance, pp 122-126 Paris 1981.
- [11] LEFEVRE. R, Graissage et tribotechnique. Lubrifiant et processus de graissage. Tome 1, 420 pages, Paris, 1975.
- [12] BAZFSKI. I, Théorie et pratique de la sûreté de fonctionnement pp. 72-75, Paris, 1978.
- [13] LAMY. B, Influence des propriétés rhéologiques des matériaux sur la morphologie des écoulements superficiels de matière et la formation des couches de transfert lors d'un processus de frottement. Tribology series. Vol. 7, , Pages 599-608, 1981
- [14] Properties and Selection et Metallography, Structures and Phase Diagrams, Metals Handbooks, Vol 1.
- [15] LEMAIRE . J.C, BACKOFFEN. W.A, Adiabatic instability in the orthogonal cutting of steel. Metall. Trans. 1972
- [16] KOMANDURI. R, BROWN. R.H, The mechanics of chip segmentation in machining. ASME journal of engineering for industry, 1981.



CHAPITRE III: MATERIELS & METHODES



INTRODUCTION

Ce chapitre est consacré aux matériels et méthodes expérimentales employées dans le cadre de cette thèse de Doctorat, en démarrant de la matière première fournie par le complexe sidérurgique d'El-Hadjar (SA El-Hadjar), à savoir la fonte de première fusion du minerai de l'Ouenza (Wilaya de Tébessa), jusqu'à la production d'outils potentiels pour l'usinage du bois.

Or, le minerai de l'Ouenza, étant très riche en Manganèse avec des teneurs dépassant 3%, pose de sérieux problèmes quant à son utilisation en fonderies. En effet, les principaux besoins pour ces dernières de notre pays sont comblés par l'importation de fontes de moulage répondants à différentes normes internationales en la matière. De ce fait, nous avons orienté notre travail de thèse de sorte à répondre à des objectifs multiples :

- 1) Mettre en place un nouveau procédé permettant de démanganiser le minerai local et faire en sorte que la fonte produite réponde aux normes internationales en vigueur ; nous avons opté pour la norme européenne EN-GJL-150 dont les caractéristiques sont rassemblées dans le tableau III.1 suivant.
- 2) Réaliser des tests d'usure sur des échantillons d'outils élaborés à partir de la fonte produite, et ce en adoptant une approche par plan d'expériences permettant ainsi d'aboutir à une modélisation empirique.

Tableau III.1. Propriétés de la fonte grise lamellaire EN-GJL-150 [1]

Denomination	European EN	DIN Germany	AFNOR France
	EN-GJL-150	GG-15	FT 15 D
Element / Mass content (%)	Carbon	Silicon	Manganese
	2.90-3.70	1.70-2.50	0.35-1.00
Mechanical properties	Tensile strength at break (MPa)	Brinell hardness	Elasticity modulus (GPa)
	150	125-205	78-103

I. MISE EN PLACE D'UN PROCEDE DE FUSION MODIFIE POUR LA DEMANGANISATION DE LA FONTE LOCALE

III.1. Caractérisation de la matière première (fonte de première fusion)

La matière première ayant servie à l'élaboration de la fonte grise lamellaire EN-GJL-150 qui nous a été fournie par SA El-Hadjar sous forme de gueuse de 05 kg de masse, a pour composition chimique les valeurs rassemblées au tableau III.2 ci-dessous :



Tableau III.2. Composition chimique en élément de la matière première (SA El-hadjar)

Elément	C	Si	Mn	P	S
Teneur (%)	3.89-4.2	0.90-1,0	2.5 -2.9	0.01	0.022

Les données du tableau III.2. montrent une teneur en manganèse de la fonte brute d'El-Ouenza allant de 2.5 à 2.9%, bien au-dessus du seuil maximal des fontes de moulage (destinées aux fonderies). L'objectif principal de cette première partie de notre travail a été de mettre en place un procédé de fusion en mode duplex de sorte à permettre de réduire cette teneur en manganèse afin de produire à partir du minerai local une fonte grise lamellaire type EN-GJL-150. D'un autre côté, les données du tableau III.2 montrent que le minerai local n'est pas seulement riche en manganèse mais aussi pauvre en silicium. De ce fait, une correction de la composition est d'ores et déjà imposée afin de répondre aux normes en vigueur pour la fonte visée par le procédé de fusion en question (cf. tableau III.1).

Pour partir sur de bonnes bases, nous avons choisi 30 échantillons au hasard parmi les gueuses afin de les analyser pour déterminer leurs teneurs en manganèse (Mn) et en silicium (Si), avec comme objectif de réaliser une étude statistique descriptive. Tous les calculs statistiques (Statistiques descriptive, histogrammes, test de Student et modélisation) ont été fait en utilisant le logiciel Statistica (version 8).

III.2. Protocole expérimentale et suivi de la démanganisation en mode Duplex

A l'échelle industrielle, plusieurs procédés sont utilisés pour l'obtention de la fonte grise lamellaire. Dans notre cas pratique, nous avons testé l'utilisation de deux types de fours en cascade, en mode dit 'Duplex', à savoir :

- 1) Un four rotatif industriel type TLM50 SGK chauffé au gaz d'une capacité de 5 tonnes (représenté dans la figure III.1 ci-après), garni d'un pisé réfractaire à base de SiO₂, avec un taux d'humidité de 6%. Sa composition chimique est donnée dans le tableau III.3 suivant :

Tableau III.3. Composition chimique du pisé réfractaire

Oxyde	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
Teneur (%)	92,8	5,8	0,3	0,4	0,1	0,1	0,1	0,5

Il comporte sur la cheminée, un échangeur qui récupère une partie de la chaleur des fumées pour réchauffer l'air de combustion (300-420 °C). La rotation du four ajoute au chauffage par rayonnement, une transmission de chaleur par conduction. Cet appareil à l'avantage d'accepter des charges variées : fonte neuve, retours, ferrailles avec injection correspondante du graphite.



Le chauffage direct entraîne des pertes au feu -sous forme de laitiers- assez élevées sur les éléments comme le carbone, le silicium et le manganèse, pouvant atteindre 20%, ce qui nécessite souvent une correction de la composition chimique d'un côté, mais aussi d'obtenir une fonte neuve à haute teneur en carbone (4% environ) d'un autre côté [2]. La mesure et l'enregistrement des températures se font au moyen de thermocouple (Pt, Pt/Rd 10%)

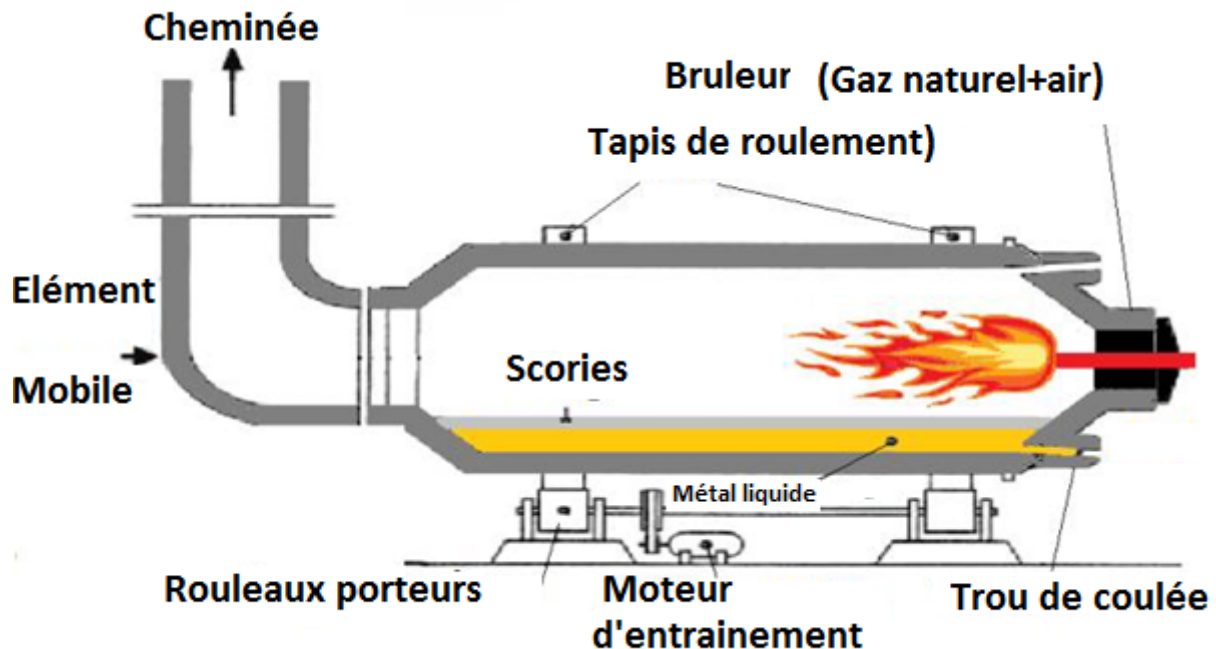


Figure III.1. Schéma du four rotatif industriel utilisé pour la production de la fonte EN-GJL-150 [1]

- 2) Un four à arc électrique industriel type JHF3/A d'une capacité de 3 tonnes représenté dans la figue III.2 suivante, dans lequel la charge métallique est chauffée par rayonnement à l'arc et par échauffement direct au passage du courant dans la masse métallique. Ce four est garni d'un revêtement basique dont la composition chimique est donnée dans le tableau III.4 suivant ; son couvercle est par contre garni de brique en chamotte,

Tableau III.4. Composition chimique du revêtement du four à arc électrique

Oxyde	MgO	Fe ₂ O ₃	CaO	Al ₂ O ₂	SiO ₂
Teneur (%)	91	4.7	2	0.3	1.1

Le four à arc électrique présente de nombreux avantages :

- Pertes au feu réduites et constantes ;
- Obtention de hautes températures favorables pour amorcer les réactions chimiques d'affinage ;



- Risque d'oxydation très diminué ;
- Réglage plus facile de la température du bain.

Le régime de la température est réglé en utilisant la méthode de mesure par contact à l'aide d'un thermocouple (Pt- Rd/Pt 10%) relié à un potentiomètre.

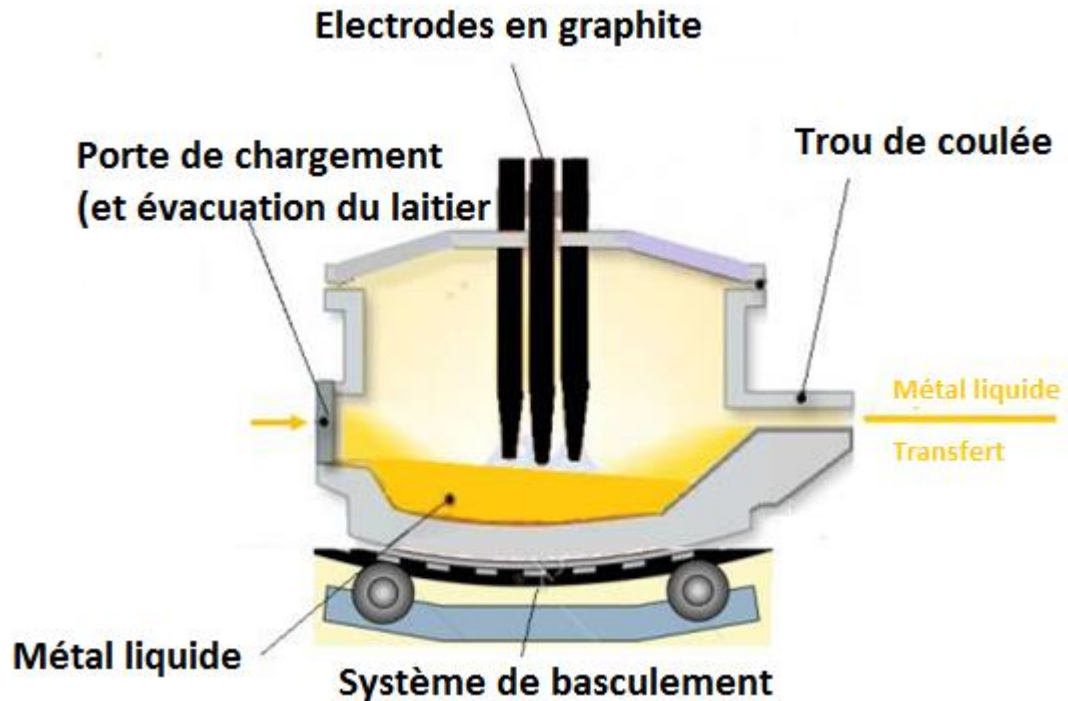


Figure III.2. Schéma du four industriel à arc électrique utilisé pour la production de la fonte EN-GJL-150 [1]

III.2.1. Description du protocole expérimentale en mode Duplex

La charge initiale traitée était constituée de 2,5 tonnes de fonte brute, 90 kg de CaCO_3 et 40 kg de SiO_2 introduits en premier et répandus sur la sole du four rotatif. Le CaCO_3 a une action fondante permettant de réduire la concentration des impuretés dans la fonte donnant naissance au laitier tandis que le Si agit comme un graphitant favorisant la décomposition de la cémentite et la formation de lamelles de graphite conduisant ainsi à une solidification ralentie, très recherchée lors de la coulée de pièces minces. Cela vient du fait que la chaleur spécifique du graphite est relativement élevée par rapport aux autres constituants de la fonte (ferrite, cémentite, perlite, etc.), ce qui lui confère une plus grande inertie thermique. Et de fait, lorsque dans une fonte en cours de solidification, le graphite se forme et se dépose, cela a pour effet - du fait de son inertie thermique et de la chaleur qu'il a emmagasinée - de diminuer la vitesse de refroidissement des pièces coulées, et donc d'avoir un effet positif sur la coulabilité. La fonte coulera ainsi mieux, et aura donc une plus grande capacité à remplir les moules [3]. De plus, le graphite a une action lubrifiante, réduit l'usure et améliore l'usinabilité. La charge est portée à une température de 1300°C jusqu'à fusion totale, pendant environ 2 h ; période pendant laquelle des grattages réguliers étaient effectués en surface afin d'évacuer les scories. Un premier prélèvement a alors été effectué afin d'analyser la teneur en manganèse et en



silicium. On a ensuite soufflé de l'air chaud de l'échangeur alimenté par les gaz d'échappement 6 fois pendant une durée de 2 heures à intervalles réguliers de 15 minutes. Avant chaque soufflage d'air, un raclage de surface est effectué et un prélèvement effectué afin de suivre l'évolution de la composition, la cinétique d'oxydation du manganèse ainsi que la dureté (Brinell 'HB' et Rockwell 'HRC').

La fonte brute en fusion du four rotatif était ensuite transférée au four à arc électrique avec un revêtement basique dont la sole était recouverte d'oxyde ferrique (Fe_2O_3) à raison de 2,5 % du poids du métal en fusion, agissant comme un vecteur d'oxygène pour l'oxydation du manganèse. Au cours de cette première période d'affinage, qui a duré 1 heure et pendant laquelle le courant électrique a été coupé, 40 kg de silice ont également été ajoutés au métal en fusion afin d'améliorer la fluidité du laitier et faciliter son évacuation du four. Après cette période d'affinage, le courant électrique a été rétabli afin de surchauffer le métal et de procéder à la correction de sa composition afin de répondre aux normes en vigueur pour la fonte EN-GJL-150, et ce en ajoutant 15 kg de carbone, 10 kg de phosphore et 60 kg de FeSi75, agissant comme réducteur pour les métaux de leurs oxydes. Des prélèvements ont été effectués en même temps que les évacuations de laitier environ toutes les 15 à 20 minutes afin de suivre l'évolution de la composition, la cinétique d'oxydation du manganèse et la dureté (HB et HRC).

III.2.2. Analyses visuelle & chimique de la fonte produite - suivi en temps réel du procédé de fusion

Il est bien connu que les propriétés mécaniques des fontes dépendent strictement de leurs microstructures [4]. De plus, la cristallisation et la graphitisation de la fonte sont très fortement influencées par sa composition chimique [5,6]. Ainsi, le contrôle de cette dernière ainsi que les propriétés mécaniques et la microstructure ont été effectués sur le produit final à la sortie des fours et dans la poche de traitement après avoir ajouté 3 kg de ferrosilicium FeSi75 à des fins d'ensemencement. A cet effet, 2 groupes d'échantillons de 3 barres chacun ont été préparés : à la sortie des fours et après ensemencement en poche. Les éprouvettes de diamètre 35 mm et de longueur 300 mm ont été coulées séparément et côte à côte, à 1350°C dans des noyaux de sable durci au CO_2 servant de moule et ayant la composition suivante : 95 % en poids de silice et 5 % de silicate de sodium.

De ce fait, l'évolution de la composition chimique de la fonte fondue tout au long du traitement a été suivie par des prélèvements réguliers sur lesquels des éprouvettes standardisées ont été réalisées selon la norme TGL 15477/03.

Les teneurs en carbone et en soufre ont été déterminées par la méthode volumétrique en mesurant les volumes de CO_2 et de SO_2 respectivement, dégagés après combustion des copeaux prélevés sur les échantillons dans un bain d'oxygène.

Les teneurs en silicium, phosphore et manganèse ont été déterminées par des techniques analytiques avec ajout de réactifs.



Dans un objectif de contrôler et la structure de la fonte démanganisée dans le procédé Duplex suivi, des éprouvettes ont été élaborées selon la norme Allemande TGL 15477/03 ; elles sont représentées dans les figures III.3 et III.4 ci-après. Ces éprouvettes nous renseignent sur la teneur ‘suffisante’ en silicium qui permet, par son action graphitisante, d’obtenir une structure grise en fonction de l’épaisseur de la pièce.

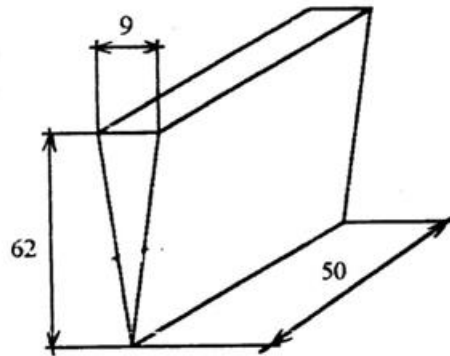


Figure III.3. Eprouvette visuelle

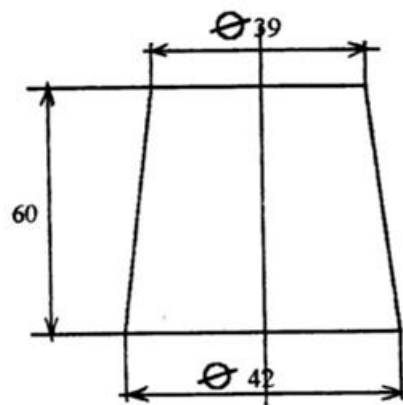


Figure III.4. Eprouvette de contrôle de la composition chimique

III.2.2.1. Détermination de la teneur en silicium

La teneur en silicium a été déterminée par gravimétrie, en attaquant un échantillon d'un gramme avec un mélange de 300mL de HCl et 15mL de H₂SO₄ pendant quelques minutes, puis la solution a été filtrée et calcinée à 1100°C pendant 30 minutes. La teneur en Si a ensuite été calculée par l'équation suivante:

$$\text{Si}\% = \frac{A \times 0.46744}{E} 100 \quad (\text{III.1})$$

Où : A et E sont les poids (g) de l'échantillon avant et après calcination, respectivement.



III.2.2.2. Détermination du phosphore

La teneur en phosphore a été déterminée par titrage acide-base en utilisant un volume de 5 à 20 ml de solution de NaOH (0,2 M). Le titrage a été réalisé avec une solution de H₂SO₄ (0,2M), en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré. La teneur en P a ensuite été calculée par l'équation suivante:

$$P\% = \frac{(b-c) \times 0.00027}{E} 100 \quad (\text{III.2})$$

Où : b est le volume (ml) de solution de NaOH utilisée, c le volume (ml) de la solution H₂SO₄ versée à l'équivalence et E est le poids (g) de l'échantillon.

III.2.2.3. Détermination du manganèse

La teneur en manganèse a été déterminée en ajoutant 50 ml de HNO₃ (0,2 M) à 0,3 g de l'échantillon et en chauffant jusqu'à libération complète des gaz nitreux. Ensuite 25 ml d'AgNO₃, 2 g de (NH₄)₂S₂O₈ et 25 ml de NaCl (0,2 M) ont été ajoutés au mélange sous agitation vigoureuse puis filtrés avec de l'acide arsenique. La teneur en Mn a ensuite été calculée par l'équation suivante:

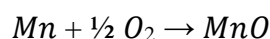
$$Mn\% = \frac{AA \times 0.000329}{E} 100 \quad (\text{III.3})$$

Où : AA est la quantité (g) d'acide arsenic utilisé et E est le poids (g) de l'échantillon.

III.3. Etude cinétique de l'oxydation du manganèse au cours du processus de fusion

Ce travail de thèse consistait à créer une approche destinée à abaisser la teneur en manganèse, de la fonte de première fusion du haut fourneau d'El-hadjar, au niveau des 2 fours industriels utilisés en mode duplex. Pour ainsi faire, la cinétique de la démanganisation a été particulièrement suivie, et ce, en effectuant des prélèvements réguliers pendant le traitement. En fait, dans le four rotatif, le premier prélèvement avait été effectué juste après la fusion totale du métal, soit après 2h30 minutes, et ce, afin d'analyser sa teneur en manganèse et en silicium. Par la suite, des prélèvements réguliers ont été effectués chaque 15 minutes précédant chaque insufflation d'air chaud et raclage des scories en surface. Nous avons effectué un total de 7 insufflations d'air chaud au niveau du four rotatif alors nous avons prélevé 9 échantillons pendant le traitement dans le four à arc électrique, soit toute les 15 à 20 minutes. Les échantillons prélevés ont ensuite servi au suivi de l'évolution de la composition en silicium et en manganèse du métal –ainsi que les duretés Brinell et Rockwell (cf. paragraphe I.2.1)- lors du procédé, dans un objectif principal de modéliser la cinétique d'oxydation du manganèse.

En fait, l'oxydation du manganèse contenu dans la fonte en fusion à l'intérieur des fours s'effectue par apport d'oxygène, selon l'équation-bilan suivante :





La cinétique de cette réaction a été étudiée en utilisant la méthode intégrale qui consiste à comparer l'évolution temporelle de la concentration mesurée en manganèse lors du processus de fusion appliqué, avec la forme intégrale de la loi de vitesse (ordres 0, 1 et 2), comme suit :

Ordre 0 :

$$\text{Loi de vitesse : } R_{ox} = -[Mn]dt = k \quad (\text{III.4})$$

$$\text{Forme intégrée : } [Mn]_t = [Mn]_0 - k \cdot t \quad (\text{III.5})$$

Ordre 1 :

$$\text{Loi de vitesse : } R_{ox} = -[Mn]dt = k \cdot [Mn] \cdot [O_2] = k_{app} \cdot [Mn] \quad (\text{III.6})$$

$$\text{Forme intégrée : } \ln([Mn]_t) = \ln[Mn]_0 - k_{app} \cdot t \quad (\text{III.7})$$

Ordre 2 :

$$\text{Loi de vitesse : } R_{ox} = -[Mn]dt = k \cdot [O_2] \cdot [Mn]^2 = k_{app} \cdot [Mn]^2 \quad (\text{III.8})$$

$$\text{Forme intégrée : } \frac{1}{[Mn]_t} = \frac{1}{[Mn]_0} + k_{app} \cdot t \quad (\text{III.9})$$

La représentation graphique des formes intégrales des lois de vitesse (équations III.5, III.7 et III.9) permet de conclure sur l'ordre de la réaction d'oxydation ainsi que sur son coefficient de vitesse. De plus, afin de déterminer l'adéquation du modèle cinétique applicable au phénomène d'oxydation du manganèse et son ajustement aux données expérimentales, une analyse statistique a été effectuée pour estimer l'erreur quadratique moyenne (RMSE) en utilisant la formule suivante :

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{N} \cdot \sum_1^N (y_{exp} - y_{cal})^2} \quad (\text{III.10})$$

Où N est le nombre d'expériences tandis que y_{exp} et y_{cal} sont respectivement les valeurs expérimentales et calculées de la concentration instantanée en manganèse.

Plus la valeur de RMSE est petite, meilleur est l'ajustement, ce qui signifie que les données du modèle utilisé sont similaires aux données expérimentales.

I.4. Caractérisation mécanique

A partir des barres élaborées en sortie des fours et après inoculation dans la poche, des éprouvettes de traction normalisées ont été usinées selon les normes ASTM E8 (205 mm de longueur, 28 mm de diamètre avec une rainure au milieu de 20 mm de diamètre comme le montre la figure III.5) et des disques de mesure de la dureté (HB) ont été tronçonnés.

III.4.1. Mesure de la résistance à la traction

Les essais de traction ont été effectués avec une machine d'essai Instron utilisant une moyenne de trois éprouvettes pour chaque échantillon conformément à la norme ASTM E8/E8M.

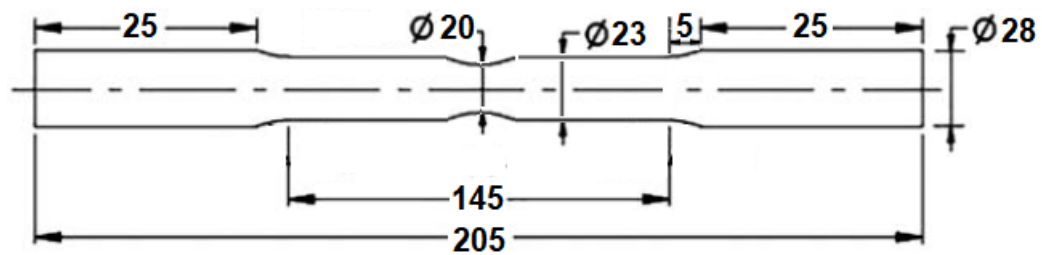


Figure III.5. Epreuve de traction (toutes les dimensions en mm)

III.4.2. Mesure de la dureté

Les essais de dureté répondent à un besoin important dans l'industrie même s'ils sont empiriques, c'est-à-dire basés sur des expériences et des observations, plutôt que sur une théorie fondamentale. La dureté est définie comme la propriété d'un matériau qui lui permet de résister à la déformation plastique, à la pénétration, à l'indentation et aux rayures. Ainsi, la résistance à l'usure par frottement ou érosion (par la vapeur, l'huile et l'eau) augmente généralement avec la dureté. Dans ce travail, les essais de dureté Brinell et Rockwell ont été réalisés conformément aux normes NF EN 10003-1 et NF EN 10109-1, respectivement (cf. figure III.6 (a) et (b)). Un testeur de dureté Brinell a été utilisé à une charge appliquée constante de 750 kgf, avec une bille de 10 mm en acier trempé comme pénétrateur. En parallèle, un cône en diamant ayant un angle inclus de 120° a été utilisé pour le test de dureté Rockwell HRC ; une précharge et une charge de 10 et 150 kgf ont été appliquées consécutivement.

La dureté, étant une caractéristique principale pour les pièces travaillant à l'usure, a été suivie tout au long du processus de démanganisation sur des éprouvettes coulées à partir du métal fondu prélevé à différents moments au niveau des 2 fours utilisés en duplex.

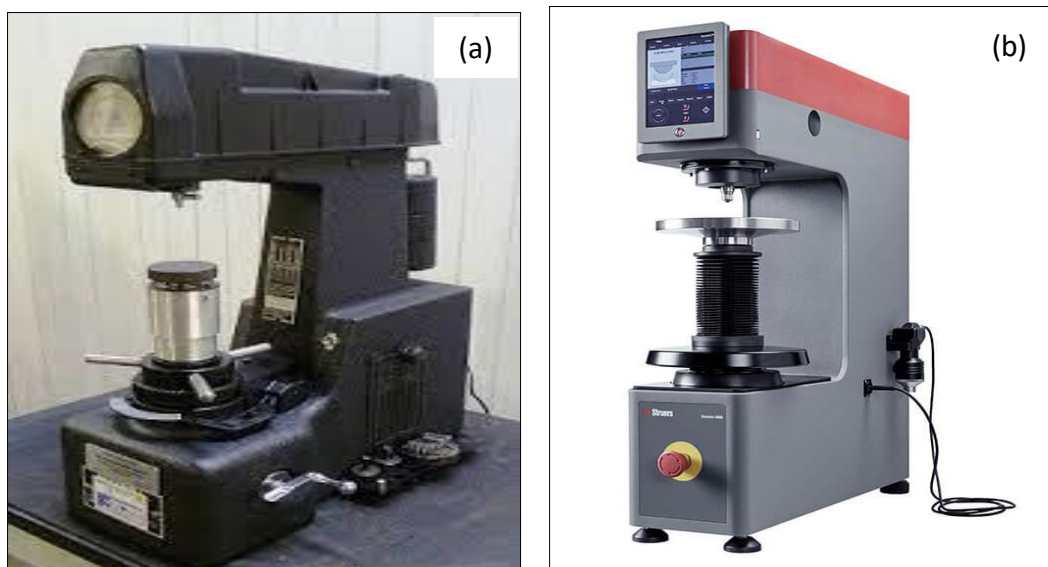


Figure III.6. Appareils de mesure de dureté : (a) Presse Brinell ; (b) Presse Rockwell



III.5. Examens micrographique

Les propriétés mécaniques des fontes dépendent strictement de leurs microstructures [4]. Dans le cadre de ce travail de thèse, l'analyse métallographique microscopique a été réalisée sur des échantillons de fonte sortant du four à arc électrique, dans le but de mettre en évidence ses différents constituants. A cet effet, 5 barres de 310 mm de longueur et de diamètres différents (5 ; 10 ; 20 ; 30 et 40 mm) ont été préparées et coulées à 1350°C dans des noyaux de sable durci au CO₂ servant de moule. A partir de ces barres, des disques de 5 cm de long ont été découpés puis polis ; leurs surfaces ont subi un pré-polissage avec des papiers abrasifs de granulométrie décroissante : 180-600-1000, puis un polissage de finition à la pâte diamantée, afin d'éliminer d'éventuelles micro-rayures et stries et d'obtenir une surface miroir, plane, parfaitement lisse et réfléchissant. Ces surfaces polies ont ensuite été attaquées chimiquement par un réactif composé de 5% HNO₃ et 95% C₂H₅OH, puis analysées par un microscope métallographique. L'attaque chimique a été réalisée à température ambiante par immersion dans le réactif, suivie d'un lavage à l'eau et d'un séchage à l'air comprimé. Cette attaque révèle la structure de la fonte et ses éléments constitutifs. Le refroidissement des échantillons n'étant pas homogène, c'est-à-dire dépendant de leurs épaisseurs, des images ont été prises au centre et à l'extrémité des surfaces de chaque échantillon.

III.5.1. Examen au microscope optique

Une fois la microstructure révélée, l'examen micrographique a été effectué en utilisant un microscope NEOPHOT2, représenté sur la figure III.7 ci-après. Il s'agit d'un microscope inversé à la lumière réfléchiée avec chambre photographique pouvant grossir jusqu'à deux mille (2000) fois le sujet d'examiné.



Figure III.7. Microscope Neophot 2



Le microscope est constitué d'un objectif (système de lentilles à courte distance focale) qui donne de l'objet une première image réelle et agrandie, et d'un oculaire (système de lentilles à distance focale plus grande) qui donne de l'image précédente, une image définitive agrandie virtuelle ou réelle (oculaire de projection). L'échantillon est supporté par une plate-forme qui se déplace dans trois (03) directions perpendiculaires ; le déplacement verticale sert à la mise au point, les deux autres mouvements une exploration méthodique de l'échantillon.

La qualité d'un microscope est couramment définie par son grossissement, rapport du diamètre apparent de l'image fournis par l'instrument au diamètre apparent de l'objet vu à l'œil nu. Au cours de l'observation photographique on utilise l'agrandissement de l'appareil (rapport des dimensions linéaire de l'image et de l'objet). L'agrandissement s'obtient en faisant le produit d'agrandissement de l'oculaire ; l'éclairage se fait par réflexion avec une lampe à incandescence à filament gros et court, fonctionnant à basse tension (12 v). La surface éclairée est brillante et l'éclairage est dit à fond clair. C'est la méthode la plus classique utilisée pour l'observation des métaux au microscope métallographique ; elle permet de voir le grain d'un métal, pour connaître la composition de l'échantillon et les proportions des composants. Dans cette méthode, l'éclairage est perpendiculaire à la surface et les rayons sont donc réfléchis perpendiculairement. Les grains lisses apparaissent alors au clair, alors que les frontières (ou joints), qui sont des interruptions dans la surface lisse, apparaissent foncés. Ils sont donc plus visibles et permettent d'apprécier la taille des grains. Par contre, les parties sombres sont trop foncées pour révéler leurs détails.

III.6. Etude du comportement à l'usure du matériau élaboré - Approche par Plan d'Expériences

III.6.1. Méthodologie des plans d'expériences

Lors d'études expérimentales multiparamétriques, le nombre de variables peut être élevé. Les stratégies couramment employées pour mener à bien ces expérimentations sont souvent informelles, et elles peuvent conduire à un nombre de résultats difficile à exploiter, voire à une optimisation erronée. Pour optimiser l'organisation des expériences et exploiter efficacement les résultats obtenus, le scientifique a tout l'intérêt à recourir à la méthodologie des plans d'expériences.

III.6.1.1. Généralités sur les plans d'expériences

La méthode des plans d'expériences n'est pas une technique nouvelle, elle date en fait du début du siècle avec les travaux de Fisher de 1925. Les premiers utilisateurs de ces méthodes furent des agronomes [7], mais maintenant elle est utilisée dans pratiquement toutes les branches de la science. Les plans d'expériences font partie de la chimiométrie (méthodes statistiques et mathématiques appliquées à la chimie) et ont pour objectif :



- 1) de fournir le meilleur protocole expérimental, permettant une réduction importante du nombre d'expériences requis et par conséquent une réduction bien recherchée aussi bien des coûts que du temps,
- 2) de surtout mener à bien le traitement des résultats expérimentaux obtenus en aboutissant dans tous les cas à une modélisation empirique par des modèles mathématiques préétablis, permettant ainsi une prédiction du phénomène expérimental étudié, dans toutes les situations possibles et imaginables [7-8].

III.6.1.1.1. Lexique utilisé dans le domaine des plans d'expériences

a) Le Facteur

On qualifie de facteur toute variable, obligatoirement contrôlable, susceptible d'influer sur la réponse observée [9].

Un facteur est dit 'significatif' si sa variation modifie d'une façon importante la réponse du système, contrairement au facteur 'non significatifs' qui n'ont aucun ou peu d'effets sur la réponse du système [7-9].

La valeur donnée à un facteur pour réaliser une expérience est appelée niveau, la borne inférieure est le **niveau bas**, qu'on note (-1), et la borne supérieure est le **niveau haut**, qu'on note (+1). L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut s'appelle '**domaine de variation du facteur**' ou plus simplement '**domaine du facteur**' [10-11].

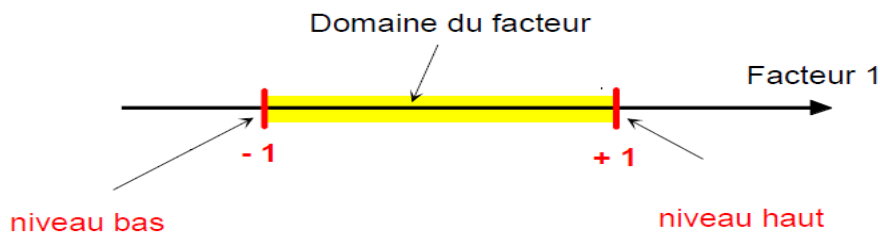


Figure III.8. Schéma représentant le domaine d'étude

b) les Variables Centrées Réduites 'VCR'

Lorsqu'on attribue la valeur (-1) au niveau bas d'un facteur et la valeur (+1) à son niveau haut, on effectue deux modifications importantes :

- 1) déplacement de l'origine des mesures,
- 2) changement de l'unité de mesure.

Ces deux modifications entraînent l'introduction de nouvelles variables dites '**variables centrées réduites**' ou '**variables codées**'. L'intérêt de ces variables est de pouvoir présenter les plans d'expériences de la même manière quels que soient les domaines d'étude retenus et quels que soient les facteurs. De cette façon, la théorie des plans d'expériences est une théorie quasi-généralisée [7,11].



c) La Réponse

La réponse du système est la grandeur, ou variable dépendante, que l'on mesure pour connaître l'effet des facteurs étudiés sur le système ; elle peut être de type quantitatif (poids d'une pièce, concentration, taux de conversion, taux d'usure, etc.) ou qualitatif (impression de chaud et froid, couleur, etc.) [9].

d) La Surface de réponse

A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. A l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localise sur une surface appelée surface de réponse [11].

III.6.1.1.2. Domaines d'utilisation

Les plans d'expériences sont utilisés dans pratiquement tous les domaines industriels, notamment en recherche-développement. On peut citer par exemple les industries :

- Agroalimentaire,
- Chimiques,
- Pétrochimiques,
- Pharmaceutiques,
- Mécaniques et automobiles,
- Métallurgiques,
- De transformation des plastiques,
- ...

III.6.1.1.3. Avantages des plans d'expériences

La méthodologie des plans d'expériences offre à l'expérimentateur des avantages très intéressants, à savoir :

- ✓ Minimisation du nombre nécessaire d'expériences ce qui permet un gain en temps et en coût financier,
- ✓ Possibilité d'interprétation de résultats expérimentaux avec un effort minimal,
- ✓ Possibilité d'étudier un très grand nombre de facteurs,
- ✓ Détection des éventuelles interactions entre les facteurs,
- ✓ Modélisation très aisée des résultats,
- ✓ Simulation avec une grande précision.

III.6.1.2. Modélisation mathématique

En l'absence de toute information sur la fonction qui lie la réponse aux facteurs, on se donne a priori une loi d'évolution dont la formulation la plus générale est la suivante :

$$y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n) \quad (\text{III.11})$$

Cette fonction est trop générale et elle est d'usage d'en prendre un développement limité de Taylor-Mac Laurin, c'est-à-dire une approximation. Si les dérivées peuvent être considérées



comme des constantes, le développement précédent prend la forme d'un polynôme de degrés plus ou moins élevé :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ir} x_i x_r + \sum a_{ii} x_i^2 + \dots \quad (\text{III.12})$$

où :

y est la grandeur à laquelle s'intéresse l'expérimentateur ; c'est la réponse où la grandeur d'intérêt,

x_i représente le facteur i,

x_r représente le facteur r ;

a₀, a_i, a_{ir} et a_{ii} sont les coefficients du polynôme.

Ce modèle est appelé **le modèle à priori** ou **le modèle postulé**.

Les modèles établis sont les modèles de prévision valables dans le domaine d'étude, domaine que l'on doit toujours préciser. Ce ne sont pas des modèles théoriques basés sur des lois physico-chimiques ou mécaniques. Dans quelques cas, il est possible d'utiliser des lois physiques théoriques connues [11].

Par ailleurs, l'outil informatique est nécessaire à la réalisation rapide et précise d'une étude menée à l'aide d'un plan d'expérience. Parmi les logiciels utilisés on peut citer : Statistica, Statgraphics, Modde, JMP, etc.

III.6.1.3. les plans factoriels complets 'PFC' à deux niveaux 2^k

Ces plans sont les plus simples à réaliser et en même temps les plus complets. Ils consistent à prendre pour chaque facteur deux valeurs significatives (ou niveaux) qui correspondent aux limites du domaine de variations de celui-ci. La borne inférieure est le niveau bas (indiqué par -1). La borne supérieure est le niveau haut (indiqué par +1). Toutes les combinaisons de niveaux sont alors réalisées dans le protocole expérimental.

La dénomination 2^k a la signification suivante : le chiffre 2 représente les deux niveaux haut et bas des facteurs, et k indique le nombre de facteurs.

III.6.1.3.1. Construction des plans factoriels complets 2^k

a) Matrice d'expérience

La matrice des essais à réaliser dans le cadre des plans factoriels complets se déduit des critères permettant d'obtenir les coefficients avec le maximum de précision. Plus généralement, la matrice d'expériences comporte k colonnes pour les facteurs principaux et 2^k lignes soit 2^k essais. Elle se construit selon la règle suivante [7, 8, 11]:

- colonne du 1^{er} facteur: alternance de -1 et +1
- colonne du 2^{ème} facteur: alternance de -1 et +1 de 2 en 2
- colonne du 3^{ème} facteur: alternance de -1 et +1 de 4 en 4



- colonne du 4^{ème} facteur: alternance de -1 et +1 de 8 en 8

Et ainsi de suite pour un nombre plus élevé de facteurs. En adoptant ces règles empiriques, la matrice des effets est une matrice de Hadamard.

b) Modélisation dans le cadre des PFC

L'aboutissement des plans d'expériences est toujours une modélisation par une équation mathématique exprimant la réponse Y en fonction des valeurs x des facteurs étudiés [10,11,14]. Dans un plan factoriel complet à deux niveaux, le modèle adopté à priori est :

$$y = a_0 + \sum_{i=1}^n a_i X_i + \sum_{i=1}^n a_{ij} X_i X_j + \sum_{i=1}^n c X_i X_j X_m + \dots + \sum_{i=1}^n a_{ij\dots p} X_i X_j \dots X_p \quad (\text{III.13})$$

Où :

y : la réponse ;

x₁ : VCR correspondant au facteur 1;

x₂ : VCR correspondant au facteur 2;

a_i et a_{ij}: sont les coefficients du modèle, dits effets linéaires et effets d'interaction respectivement.

III.6.1.4. Validation du modèle adopté et détermination de ses coefficients

III.6.1.4.1. Coefficient de détermination (R², et R² ajusté)

Le Coefficient de détermination R² est un indicateur qui permet de juger la qualité d'une régression linéaire. D'une valeur comprise entre 0 et 1, il mesure l'adéquation entre le modèle et les données observées.

Si R² = 1, cela indique un ajustement parfait, par contre un R² qui vaut 0 indique l'absence de relation entre la variable dépendante et la variable explicative.

$$R^2 = \frac{SCE}{SCT} = 1 - \frac{SCR}{SCT} \quad (\text{III.14})$$

Où :

- SCT est la somme des carrés totale, c'est-à-dire la somme des carrés des écarts entre les mesures de la réponse et leur moyenne :

$$SCT = \sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2 \quad (\text{III.15})$$

- Cette somme peut être décomposée en deux sommes, SCE, la somme des carrés due à la régression ou variation expliquée par le modèle et SCR, la somme des carrés des résidus ou variation inexpliquée par le modèle :

$$SCT = SCE + SCR \quad (\text{III.16})$$

Où :

$$SCE = \sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2 \quad (\text{III.17})$$



$$SCR = \sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad (III.18)$$

Où :

N : nombre des essais réalisés.

P : nombre des coefficients du modèle.

Par ailleurs, le coefficient de détermination ajusté ' $R_{ajustée}^2$ ' tient compte du nombre de variables. La qualité du modèle est d'autant meilleure que $R_{ajustée}^2$ sera proche de 1.

$$R_{ajustée}^2 = 1 - \frac{\frac{SCR}{N-P}}{\frac{SCT}{N-1}} \quad (III.19)$$

III.6.1.4.2. Analyse statistique des coefficients (Test de Student)

Les différents paramètres du modèle peuvent être analysés statistiquement. L'hypothèse nulle (H_0) est alors étudiée pour chacun des coefficients, selon laquelle ceux-ci sont nuls. Pour ce faire, la statistique t_{obs} qui dépend de l'estimation de l'écart type de a_i , $\sigma(a_i)$ est alors calculée :

$$t_{obs} = \frac{|a_i|}{\sigma(a_i)} \quad (III.20)$$

Pour réaliser ce test au risque α , il faut comparer la valeur de t de Student avec la valeur tabulée d'un Student à $(n - p)$ degrés de liberté, où n est le nombre d'essais et p le nombre de coefficients du modèle.

On utilise une table de Student à $(n - p)$ degrés de liberté, au risque α et on rejette H_0 lorsque $t_{obs} > t_{crit}$.

Si l'hypothèse H_0 est acceptée, cela veut dire que l'effet en question n'est pas, au risque de α , significativement différent de « 0 » et donc que la variable qui lui est associée n'a pas d'influence sur la réponse.

III.6.1.4.3. Analyse statistique des coefficients (Test de Fisher)

L'objectif de l'analyse globale des résultats est de définir la qualité descriptive du modèle au moyen d'un tableau d'analyse de la variance (tableau ANOVA).

On calcule le ratio:

$$F_{obs} = \frac{SCE/p-1}{SCR/n-p} \quad (III.21)$$

En pratique, le modèle utilisé contient un terme constant a_0 , correspondant à la moyenne des réponses mesurées. Cette composante n'étant d'aucun intérêt dans l'analyse de la variance, elle est supprimée et donc on prend $(p-1)$ degré de liberté pour le modèle de régression. Le tableau de la variance suivant regroupe toutes ces informations :



Tableau III.5. Analyse de la variance (ANOVA) [11]

Source de variation	Degré de liberté	Variation	Carré moyen	Fisher
Régression	P-1	$\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2$	$\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2 / p - 1$	$\frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2 / p - 1}{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 / n - p}$
Résiduelle	N-P	$\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2$	$\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 / n - p$	
Totale	N-1	$\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2$		

On note $F_{(\alpha, p-1, n-p)}$ la valeur tabulée au seuil α d'une loi de Fisher-Snedecor à $(P - 1)$ et $(N-P)$ degrés de liberté.

On pose l'hypothèse H_0 , que l'ensemble des paramètres ont une valeur égale à « 0 » et on compare la vraisemblance de cette hypothèse à l'hypothèse alternative H_1 dans le cadre de laquelle les paramètres ont la valeur obtenue après estimation. On retient naturellement l'hypothèse la plus vraisemblable sur la base d'un test statistique.

L'hypothèse (H_0) est rejetée avec une probabilité α si : $F_{obs} > F_{(\alpha, P-1, N-P)}$.

III.6.2. Etude du comportement à l'usure du matériau élaboré

Le matériau élaboré dans ce travail a été testé à l'usure dans le cadre d'un potentiel usage comme outil de coupe pour le bois. Nous avons alors adopté une méthodologie de plans d'expérience où notre choix s'est porté sur un plan factoriel complet $2^{k=3}$ visant l'étude de l'influence sur le taux d'usure (Réponse : Y – taux d'usure en %). de trois facteurs. à savoir : la vitesse de rotation du tour X_1 (N (tr/min)), la surface de contact X_2 (S (mm²)) et la charge appliquée X_3 (P (kgf)). Le domaine d'étude de ces trois facteurs est donné dans le tableau III.6, ci-dessous. En général, les machines les plus répandues dans les industries manufacturières se composent d'organes travaillant dans des conditions voisines de celles arrêtées dans le tableau ci-dessous. Lors de ces essais, nous avons relevé l'épaisseur perdue par frottement et ce, à des intervalles de temps constants de 15 minutes.



Tableau III.6. Facteurs étudiés et leurs domaines d'études

Facteurs	Niveau bas (-1)	Niveau haut (+1)	Centre (0)
X₁: Vitesse de rotation (N tr/min)	110	450	280
X₂: Surface de contact (S mm²)	20	80	50
X₃: Charge appliquée (P kgf)	10	20	15

Dans le cadre des plans factoriel complets à trois facteurs, le modèle polynômial adopté à priori est donné par l'équation suivante :

$$Y = a_0 + a_1 \cdot X_1 + a_2 \cdot X_2 + a_3 \cdot X_3 + a_{12} \cdot X_1 \cdot X_2 + a_{13} \cdot X_1 \cdot X_3 + a_{23} \cdot X_2 \cdot X_3 + a_{123} \cdot X_1 \cdot X_2 \cdot X_3 \quad (\text{III.22})$$

La matrice d'expériences dans le cadre de ce plan d'expérience adopté est donnée ci-après dans le tableau III.7 ; il s'agit au fait de 8 expériences + 1 au centre du domaine d'étude.

Tableau III.7. Expériences réalisées dans le cadre du plan factoriel complet 2³

Expériences	X1	X2	X3
Essai 1	-1	-1	-1
Essai 2	1	-1	-1
Essai 3	-1	1	-1
Essai 4	1	1	-1
Essai 5	0	0	0
Essai 6	-1	-1	1
Essai 7	1	-1	1
Essai 8	-1	1	1
Essai 9	1	1	1

Ces expériences ont été réalisées au niveau de l'atelier mécanique de la faculté des sciences dans le dispositif expérimental suivant ; il s'agit d'un tour modèle IA616 TT3.

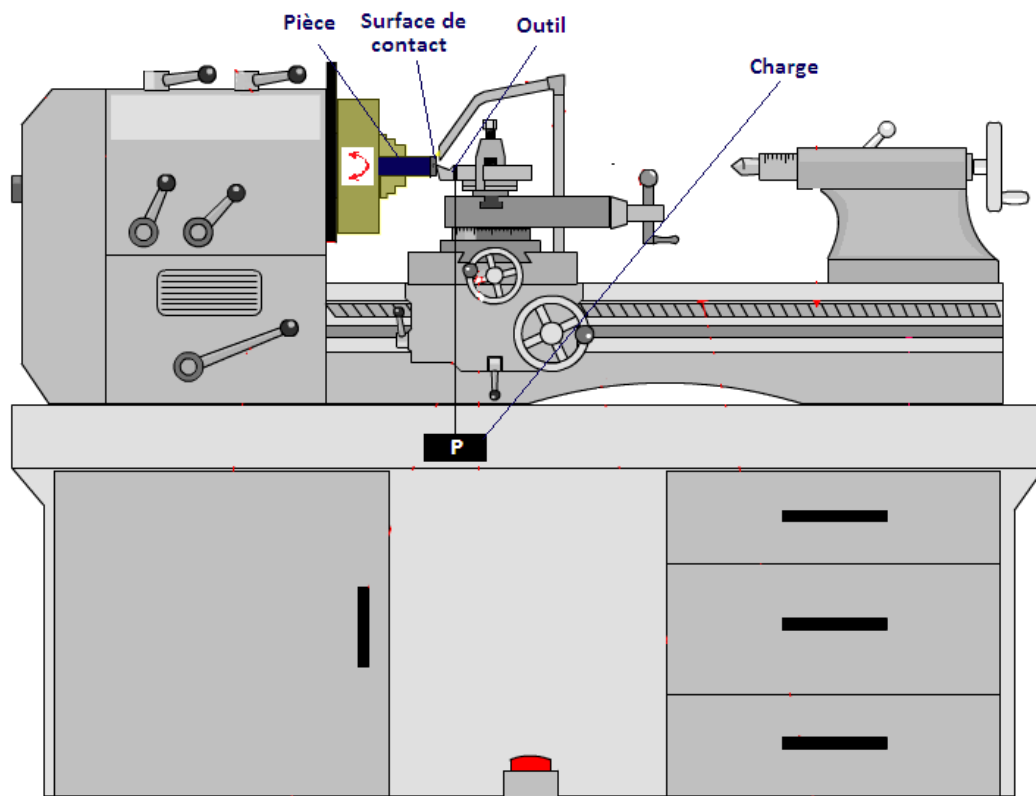
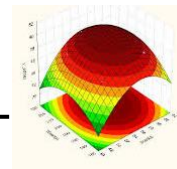


Figure III.9. Schéma du dispositif expérimental utilisé pour l'étude de l'usure

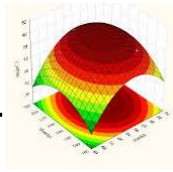


REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE III

- [1] SITOUAH. N, CHERFI. A, OUALIT, M., & ZERIZER. A, Production of Lamellar Cast Iron EN-GJL-150 From Local Manganese-Rich Pig Iron by Modification of the Melting Process. *Advances in Materials Science*, 22(4), 69-84, 2022.
- [2] REMY. A, Principe métallurgique de la fusion : Elaboration des fontes, techniques de l'ingénieur, Réf. M3615 V1. 2015.
- [3] OUVARD. F, LEBRETON. H: Pour le fondeur (fonderie de fonte). Dunod, Paris, 1954.
- [4] DURMUS. A, AYDM. H, TUTAR, M, BAYRAM. A, & YIGIT. K, Effect of the microstructure on the notched tensile strength of as-cast and austempered ductile cast irons. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science*, 226(9), 2214-2229. 2012.
- [5] FESENKO. M. A, & FESENKO. A, MIn-mould graphitizing, spheroidizing, and carbide stabilizing inoculation of cast iron melt. 2020.
- [6] SOINSKI. M. S, JAKUBUS. A, KORDAS. P, & SKURKA. K, The effect of aluminium on graphitization of cast iron treated with cerium mixture. *Archives of Foundry Engineering*, 2014.
- [7] GOUPY. J, *Plans d'expériences*. Ed. Techniques Ingénieur, 2006.
- [8] SADO. G, & SADO. M.C, *Les plans d'expériences: de l'expérimentation à l'assurance qualité*. Afnor. 2000.
- [9] GOUPY. J, *Pratiquer les plans d'expériences*. Paris: Dunod, 2005.
- [10] GOUPY. J, & CREIGHTON. L, *Introduction aux plans d'expériences-3ème édition-Livre+ CD-Rom*. Dunod, 2006.
- [11] TINSSON. W, *Plans d'expérience: constructions et analyses statistiques* (Vol. 67).Springer Science & Business Media, 2010.



CHAPITRE IV: RESULTATS EXPERIMENTAUX & DISCUSSIONS



INTRODUCTION

Ce chapitre traite les principaux résultats obtenus dans la cadre de ce travail de doctorat, à savoir :

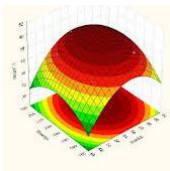
- ✚ La caractérisation de la matière première, i.e. la fonte de première fusion du haut fourneau du complexe sidérurgique d'El-Hadjar. Cette caractérisation a été faite d'une manière très méthodique de sorte à en faire une analyse statistique descriptive.
- ✚ L'étude cinétique du processus de démanganisation du minerai d'El-Ouenza selon le mode Duplex retenu, dans une succession de deux fours industriels, de technologies différentes.
- ✚ Le suivi en temps réel de l'évolution de la dureté (Brinell et Rockwell) et l'élaboration de modèles mathématiques décrivant cette évolution.
- ✚ L'étude micrographique de la fonte normalisée visée et élaborée dans le cadre de ce travail.
- ✚ L'étude par la méthodologie des plans d'expériences de l'usure d'outils élaborés à partir de la fonte produite, sa modélisation en fonction de paramètres opératoires dûment choisis ainsi que la simulation qui s'en est suivie.

IV.1. ANALYSE STATISTIQUE DESCRIPTIVES DE LA MATIERE PREMIERE

Le tableau IV.1. suivant rassemble les données d'analyses des teneurs en manganèse et en silicium effectuées sur 30 échantillons de matière première choisis au hasard parmi d'autres fournis par le complexe sidérurgique d'El-Hadjar.

Tableau IV.1. Composition massique en Manganèse et en Silicium de la matière première

Samples	X₁ (%Mn)	X₂ (%Si)
Sample#1	2.5	0.36
Sample#2	2.45	0.43
Sample#3	2.02	0.58
Sample#4	2.15	0.9
Sample#5	2.23	0.37
Sample#6	1.8	0.81
Sample#7	2.52	0.42
Sample#8	2.36	0.53
Sample#9	2.54	0.47
Sample#10	2.02	0.49
Sample#11	2.3	0.96
Sample#12	2.45	0.62
Sample#13	1.94	0.28
Sample#14	2.3	0.69
Sample#15	2.45	0.79
Sample#16	2.39	0.92



Sample#17	2.77	0.9
Sample#18	3	0.85
Sample#19	2.39	0.68
Sample#20	2.77	0.98
Sample#21	2.39	0.63
Sample#22	2.46	0.69
Sample#23	3.2	1.05
Sample#24	2.62	1.03
Sample#25	2.7	1.03
Sample#26	3	0.7
Sample#27	2.1	0.75
Sample#28	2	0.33
Sample#29	2.68	0.36
Sample#30	3.2	0.85

Le tableau IV.1 montre que pour cet ensemble de 30 échantillons choisis au hasard:

- La teneur en Mn varie de 1.8 % dans l'échantillon 6 à 3.2 % dans l'échantillon 23;
- La teneur en Silicium varie de 0.28% dans l'échantillon 13 à 1.05 % dans l'échantillon 23.

Les figures IV.1 et IV.2 ci-après représentent les histogrammes de distribution des teneurs en Mn et Si dans ces 30 échantillons de matière première. On y constate que la distribution de Mn est normale alors que celle de Si est multi-modale, i.e. avec plusieurs 'bosses' dans la distribution des données.

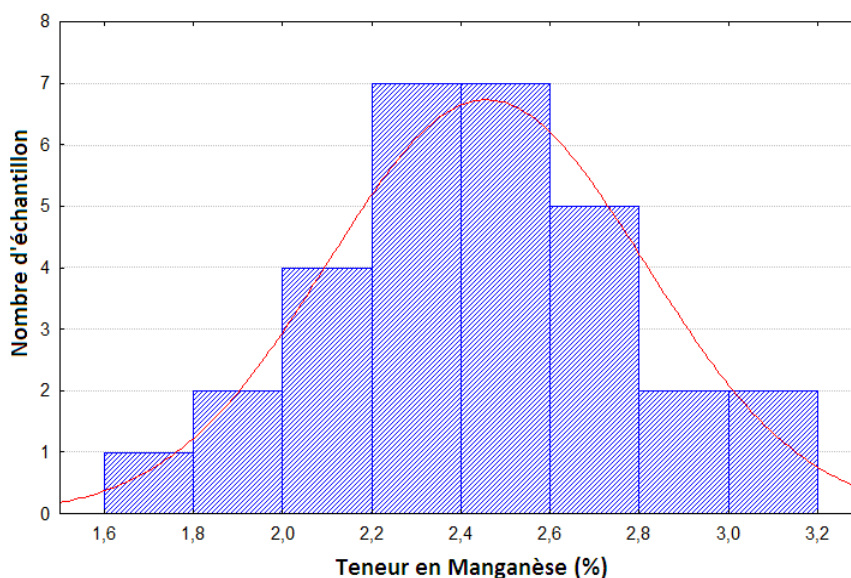


Figure IV.1. Histogramme montrant la distribution de la teneur en manganèse dans la matière première

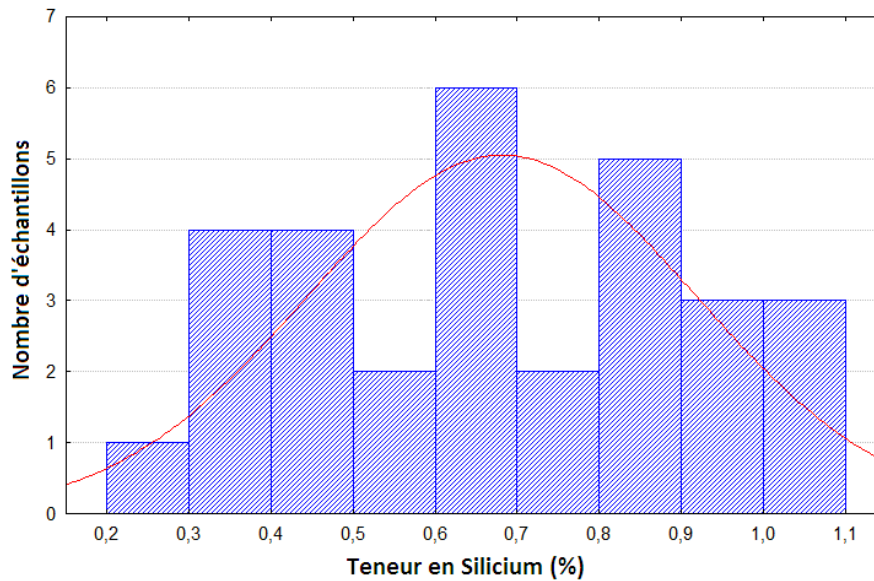
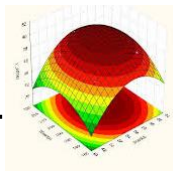


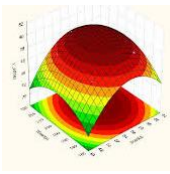
Figure IV.2. Histogramme montrant la distribution de la teneur en silicium dans la matière première

Les résultats des analyses statistiques descriptives à un niveau de confiance de 95%, effectuées avec le logiciel ‘Statistica – Version 9’, sont résumés dans le tableau IV.2 suivant, où on peut constater que les concentrations varient dans les plages suivantes :

- ✓ Teneur en Mn : de 1.8 à 3.2% avec une déviation standard de 0.356 et un intervalle de confiance de la moyenne tel que : $\overline{Mn\%} = 2.457 \pm 0.133$
- ✓ Teneur en SI : de 0.28 à 1.05% avec une déviation standard de 0.237 et un intervalle de confiance de la moyenne tel que : $\overline{Si\%} = 0.682 \pm 0.088$.
- ✓ Ces résultats montrent une teneur en manganèse bien au-dessus du seuil maximal des fontes de moulage (destinées aux fonderies) et de celle de la fonte grise lamellaire type EN-GJL-150 visée dans ce travail (cf. tableau III.1)..
- ✓ D’un autre côté, ces résultats montrent que le minerai local n’est pas seulement riche en manganèse mais aussi pauvre en silicium. De ce fait, une correction de la composition est d’ores et déjà imposée afin de répondre aux normes en vigueur pour la fonte visée par le procédé de fusion en question (cf. tableau III.1).

Tableau IV.2. Analyse statistique descriptive des teneurs en Manganèse et en Silicium

Variable	Minimum	Maximum	Moyenne	Limite inf.	Limite sup.	Erreur Standard	Variance
X1 (%Mn)	1,80	3,20	2,4567	2,3238	2,5896	0,0650	0,1267
X2 (%Si)	0,28	1,05	0,6817	0,5932	0,7702	0,0433	0,0562



IV.2.MISE EN PLACE D'UN NOUVEAU PROCÉDE DE FUSION EN MODE DUPLEX, VISANT LA DEMANGANISATION

IV.2.1.Suivi cinétique de la démanganisation

Le tableau IV.3 suivant regroupe les valeurs de la teneur en Manganèse lors du procédé de fusion mis en place, pour les prélèvements effectués à intervalles réguliers de temps dans les deux fours utilisés en Duplex.

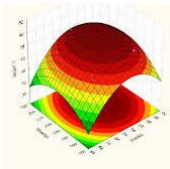
Tableau IV.3. Evolution de la teneur en Mn lors du processus de fusion

	Temps (min)	□ _{Mn} (%)	[Mn] (g/kg)
Four rotatif	0	2,45	24,5
	30	2,25	22,5
	45	2,1	21
	60	2,05	20,5
	75	1,7	17
	90	1,61	16,1
	105	1,57	15,7
	120	1,5	15
	135	1,45	14,5
Four à arc électrique	0	1,45	14,5
	40	1,35	13,5
	55	1,3	13
	90	1,25	12,5
	105	1,18	11,8
	130	1,12	11,2
	160	1,09	10,9
	180	1,04	10,4
	200	0,97	9,7
	220	0,94	9,4

De ces résultats on peut voir que pendant les deux heures de traitement au niveau du four rotatif, où l'air chaud provenant des échangeurs avait été soufflé 6 fois régulièrement par période de 15 minutes, il n'a pas été possible d'abaisser le manganèse teneur inférieure à 1,45 %, ce qui correspond approximativement à un taux d'oxydation de 40,82 %.

Il faut cependant noter que le premier soufflage d'air a été effectué 45 minutes après la fusion complète de l'alliage, et ce, après avoir effectué un prélèvement à partir duquel la composition suivante du métal en fusion a été déterminée:

- Carbone : 3,42 %, ce qui correspond à une perte de 15,45 % ;
- Silicium : 0,75 %, indiquant une perte de 28,57 % ;
- Manganèse : 2,1 %, cela indique un taux d'oxydation de 14,29 %.



Après 135 minutes de traitement au four rotatif, une analyse élémentaire a été réalisée et a donné les résultats suivants :

- Carbone : 3,2%, soit une perte de 20,89% ou environ 21 kg ;
- Silicium : 0,5 %, soit une perte de 52,38 % ou environ 14 kg ;
- Manganèse : 1,45 %, indiquant un taux d'oxydation de 40,82 %.

Le métal en fusion de cette composition est ensuite transféré dans le four à arc électrique où le courant est d'abord coupé pendant 1 heure, afin de permettre une oxydation lente du manganèse, par l'oxygène apporté par Fe_2O_3 . Après cela, le courant a été rétabli afin de surchauffer la fonte en fusion et procéder à la correction des teneurs en carbone et en silicium afin de respecter les normes en vigueur pour les fontes lamellaires GN-GJL-150 (cf. Tableau III.1). Nous avons ensuite ajouté 15 kg de carbone, 60 kg de $FeSi75$ et 10 kg de phosphore à la fonte fondue.

Après 220 minutes de traitement au four à arc électrique, une analyse élémentaire a été réalisée et a donné les résultats suivants :

- Carbone : 3,67 % ;
- Silicium : 2,29 % ;
- Manganèse : 0,94 %, indiquant un taux d'oxydation de 61,63 %, à travers les 2 fours.
- Phosphore : 0,5 % ;
- Soufre : 0,013 %.

Le suivi cinétique de l'oxydation du manganèse a été réalisé en utilisant les modèles d'ordre 0, 1 et 2 afin d'estimer le taux d'élimination du manganèse dans chacun des 2 fours utilisés en duplex dans ce travail. La représentation graphique des équations (III.5), (III.7) et (III.9) en fonction du temps permet d'obtenir la constante de vitesse apparente k_{app} comme le montre les figures (IV.3, IV.4 et IV.5).

La forme des droites des figures IV.3 à IV.5 et les valeurs élevées des coefficients de détermination (94.61% à 99.21%) montrent clairement que la démanganisation pourrait être représentée par les 3 modèles à la fois. Par conséquent, l'estimation de l'erreur quadratique moyenne (RMSE) permet de conclure quant au modèle et l'ordre qui détermine le mieux la démanganisation en mode duplex ; en effet, plus RMSE est faible meilleur sera l'ajustement.

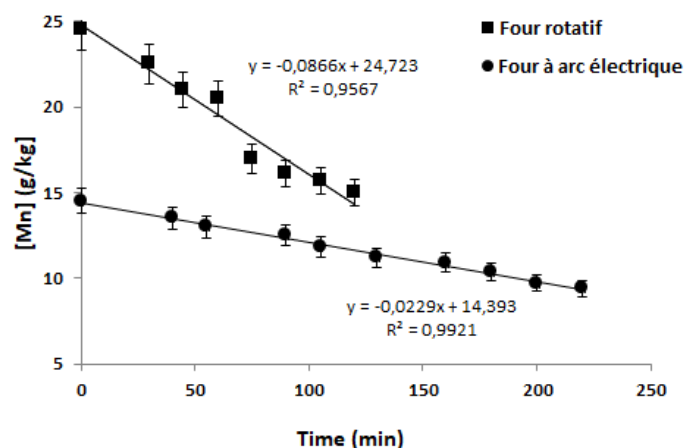


Figure IV.3. Etude cinétique de la démanganisation lors du processus de fusion duplex : [Mn] en fonction du temps

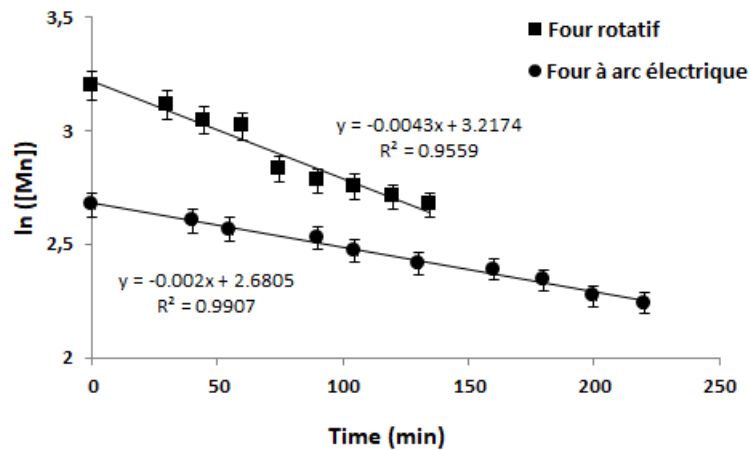
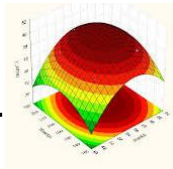


Figure IV.4. Etude cinétique de la démanganisation lors du processus de fusion duplex : $\ln[Mn]$ en fonction du temps

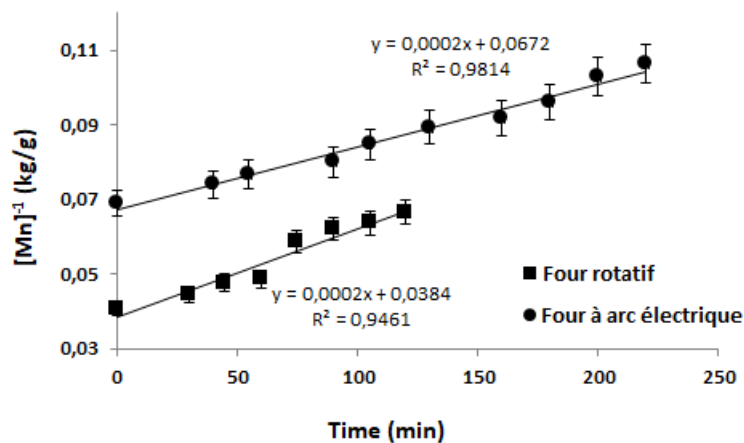


Figure IV.5. Etude cinétique de la démanganisation lors du processus de fusion duplex : $[Mn]^{-1}$ en fonction du temps

Les paramètres cinétiques pour les 3 modèles utilisés sont résumés dans le tableau IV.4 suivant, ainsi que les coefficients de détermination (R^2) et les valeurs RMSE ; ces dernières montrent que la cinétique d'ordre 1 fournit le meilleur modèle cinétique pour prédire les données de démanganisation à travers les deux fours utilisés en cascade.

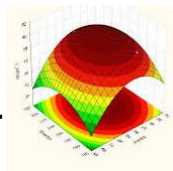


Tableau IV.4. Paramètres cinétiques de l'oxydation du manganèse dans le four rotatif et le four à arc électrique

Ordre de la cinétique	0	1	2	0	1	2
	Four rotatif			Four à arc électrique		
Coefficient de vitesse: k	0,0866 ^(a)	0,0045 ^(b)	0,0002 ^(c)	0,0229 ^(a)	0,0020 ^(b)	0,0002 ^(c)
R ²	95,67	95,34	94,61	99,21	99,07	98,14
RMSE	0,8145	0,7181	1,1267	0,1714	0,1619	0,5222

^(a) g/kg.min; ^(b) min⁻¹; ^(c) kg/g.min

Les données du tableau IV.4 et des figures IV.3 à IV.5 montrent aussi que la démanganisation a été bien plus rapide dans le four rotatif que dans le four à arc électrique. En effet, le soufflage d'air est un procédé aussi brutal qu'efficace qui génère d'autres pertes par oxydation parallèlement au manganèse : carbone et silicium.

IV.2.2 Caractérisation mécanique

IV.2.2.1. Suivi des duretés Brinell (HB) et Rockwell (HRC) - Modélisation

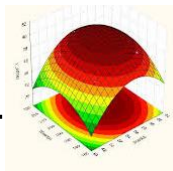
La dureté est définie comme la capacité d'un métal ou d'un alliage métallique à résister à la déformation plastique, à un emplacement spécifique et localisé plutôt qu'à un emplacement général. Elle est également définie comme la résistance du métal à l'indentation, aux rayures ou à l'abrasion. La dureté est une caractéristique importante car le niveau de dureté d'un métal est directement lié à sa capacité à résister à l'usure. Le tableau IV.5 ci-dessous rassemble les mesures de dureté Brinell et Rockwell lors du processus de fusion duplex en fonction de la teneur en manganèse dans la fonte fondue. Le tableau IV.5 donne également les limites de confiance de la moyenne pour chaque mesure au niveau de confiance de 95 %.

Les données du tableau IV.5 montrent que la dureté diminue avec la diminution de la teneur en manganèse (Mn%) comme prévu et indiquent que :

- La dureté Rockwell diminue de 32,15 à 19,67, soit 38,83%, lorsque la teneur en manganèse diminue de 2,5% à 0,94%
- La dureté Brinell diminue de 207,33 à 149,67, soit 27,81%, lorsque la teneur en manganèse diminue de 2,5% à 0,94%

En effet, le manganèse est un élément carburigène, conduisant à la formation de carbures tels que le carbure de manganèse (Mn₃C) et le ferromanganèse cémenté (Fe,Mn)₃C, qui comme tous les carbures, sont des composés à tendance extrêmement dure, réfractaire et résistant à l'usure, corrosion et chaleur.

De plus, à faible teneur (< 0,4 %) le manganèse a essentiellement un rôle de désulfuration et de dénitruration. Mais à des teneurs plus élevées, au-delà de 0,8 % le manganèse tend à



s'opposer à la graphitisation en augmentant la stabilité de la perlite, dont la dureté est relativement élevée.

Tableau IV.5. Evolution des duretés (Brinell et Rockwell) en fonction de la réduction de la teneur en manganèse à travers les deux fours

	Mn%	Dureté Rockwell				Dureté Brinell			
		HRC1	HRC2	HRC3	Moy.±CL	HB1	HB2	HB3	Moy.±CL
Four rotatif	2,25	31,5	33,45	31,5	32,15±2,80	207	187	228	207.33±50.93
	2,1	32	32,6	29	31,20±4,79	190	207	198	198.33±21.13
	2,05	29	25	33,5	29,17±10,56	183	207	198	196.00±30.12
	1,7	26	27	34	29,00±10,83	166,8	207	198	190.60±52.41
	1,5	27	27	32,32	28,77±7,63	182,84	194	178	184.95±20.38
Four à arc électrique	1,45	27,5	27,5	26,5	27,17±1,43	178	194	167,52	179.84±33.13
	1,35	24	27,5	25	25,50±4,48	156,94	187	187	176.98±43.12
	1,3	29	30,64	15	24,88±21,35	178	194	148,2	173.40±57.74
	1,25	21	25	27	24,33±7,59	187	170	154,92	170.64±39.87
	1,18	21	25	26	24,00±6,57	161	170	155	162.00±18.75
	1,12	28,8	18	21	22,60±13,85	155	170	156	160.33±20.83
	1,09	22	20	23	21,67±3,79	156	161	150	155.67±13.68
	1,04	21	20	20	20,33±1,43	150	155	156	153.67±7.98
	0,97	22,5	17	16	18,50±8,69	148	161	148	152.33±18.64
	0,94	21	20	18	19,67±3,79	156	150	143	149.67±16.16

Les duretés Rockwell et Brinell sont représentées en fonction de la teneur en manganèse dans les figures IV.6 et IV.7, respectivement. En fait, ces données représentent l'ensemble de données d'étalonnage, qui a été utilisé pour estimer les paramètres des modèles empiriques suivants (équation (1)) corrélant la dureté (Brinell ou Rockwell) à la teneur en manganèse.

$$H = a_0 + a_1 \cdot \ln(Mn\%) \tag{IV.1}$$

Où H fait référence à la dureté Brinell ou Rockwell.

Les valeurs des paramètres des modèles données par l'équation (1) ont été calculés au niveau de confiance de 95 %, à l'aide du logiciel "Statistica" ; elles sont rassemblées dans le tableau IV.6 suivant.

Table IV.6. Paramètres du modèle (Eq. 1) corrélant la dureté à la teneur en Mn

Réponse: H	Coefficient	Estimation	Erreur standard	valeur-t	Lim. conf. Inf.	Lim. conf. Sup.
RHC	a ₀	20.72	0.43	48.06	19.79	21.65
	a ₁	14.57	1.04	13.91	12.32	16.82
HB	a ₀	153.94	1.19	129.10	151.37	156.52
	a ₁	64.71	2.88	22.46	58.49	70.9'

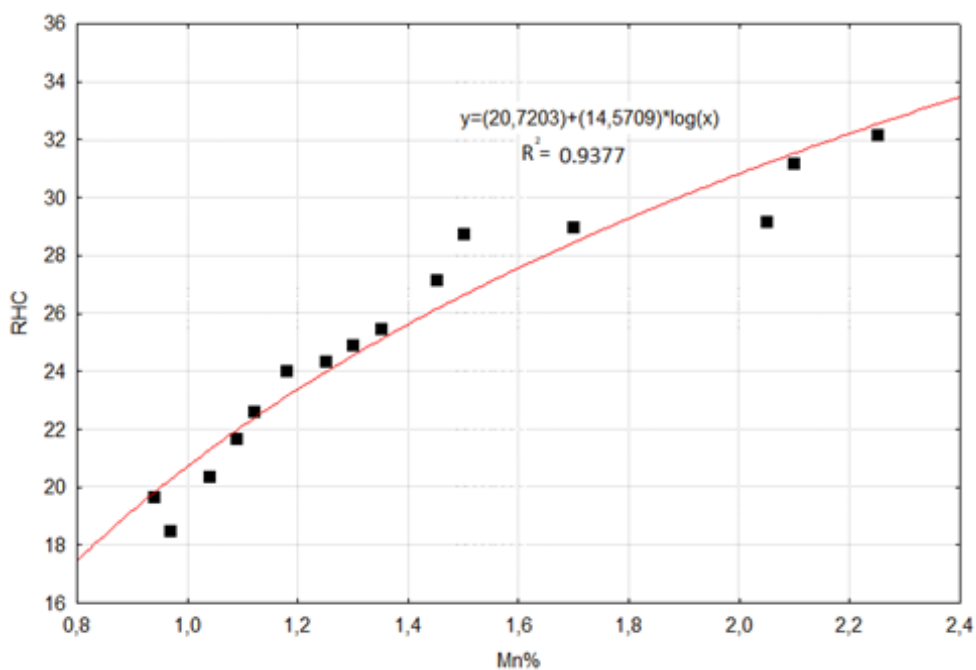
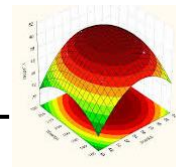


Figure IV.6. Evolution de la dureté Rockwell avec la baisse en teneur du Manganèse (Mn%)

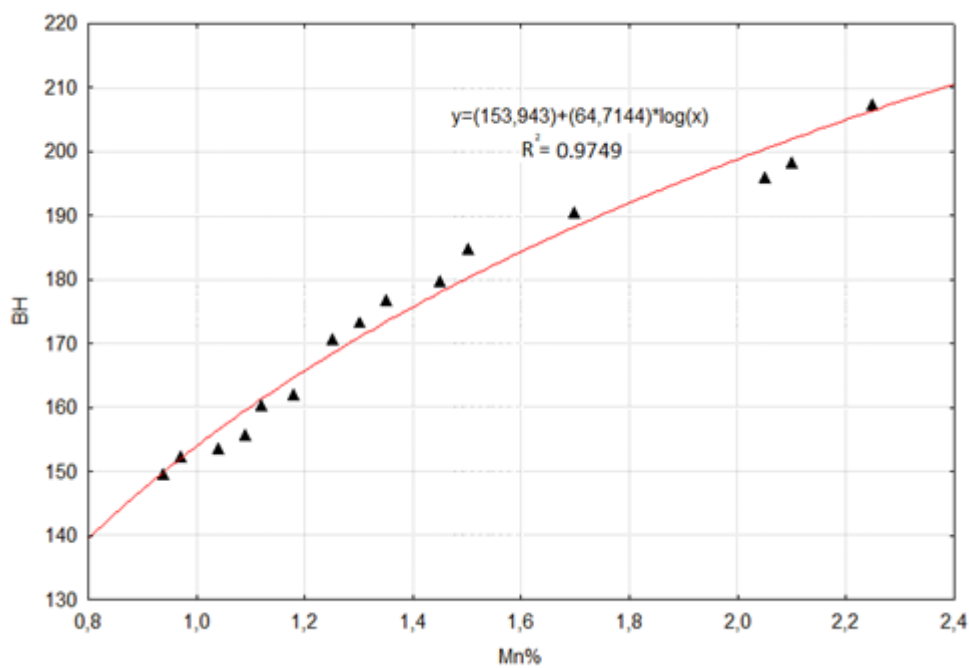
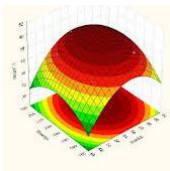


Figure IV.7. Evolution de la dureté Brinell avec la baisse en teneur du Manganèse (Mn%)



Il convient de noter que bien que les deux tests de dureté présentent des similitudes, il existe plusieurs différences importantes : 1) le test de dureté Brinell utilise généralement une bille en acier trempé de 10 mm, tandis que le test Rockwell utilise un cône de pointe en diamant d'angle au sommet 120°, et 2) le test Rockwell mesure la profondeur de l'indentation, tandis que le test Brinell mesure la largeur de l'indentation. Il existe des tables de conversion entre ces 2 variables, mais il est important de noter que les échelles de conversion entre elles ne sont pas les mêmes et ne doivent pas être confondues entre elles. Sur la figure IV.8 suivante, la dureté Brinell est tracée en fonction de la dureté Rockwell.

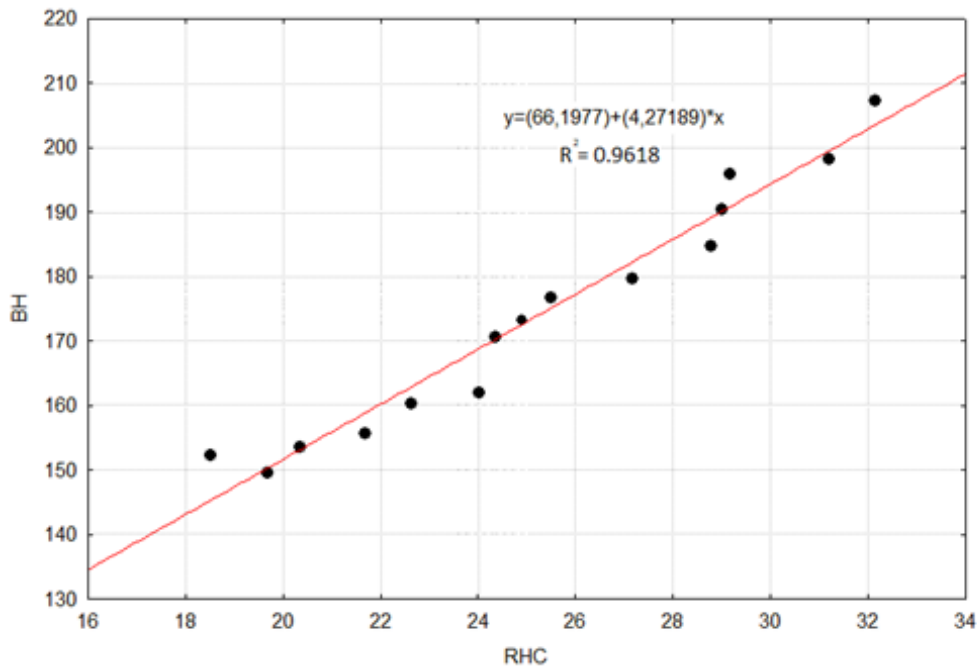


Figure IV.8.Corrélation de la dureté Brinell à la dureté Rockwell

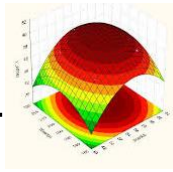
Une corrélation donnée par l'équation (2) entre les duretés Brinell et Rockwell a été développée et ses paramètres ont été estimés à un intervalle de confiance de 95 %, à l'aide du logiciel Statistica.

$$BH = a_0 + a_1 \cdot HRC \quad (IV.2)$$

Les valeurs des paramètres de cette équation sont rassemblées dans le tableau IV.7 ci-dessous.

Table IV.7.Paramètre du modèle (Eq. 2) reliant la dureté Brinell à la dureté Rockwell

Coefficient	Estimation	Erreur standar	Valeur-t	Lim. conf. inf.	Lim. conf. sup.
a₀	66.20	6.04	10.96	53.15	79.25
a₁	4.27	0.23	18.10	3.76	4.78



IV.2.3. Caractérisation de la fonte élaborée

IV.2.3.1. Caractérisation chimique et mécanique de la fonte produite

Des échantillons de la fonte démanganisée ont été préparés aussi bien en sortie de fours qu'après inoculation dans la poche. Le tableau IV.8 ci-après rassemble les données de leurs :

- composition chimique,
- résistance à la traction,
- dureté Brinell.

L'ensemble des résultats de ce tableau montre que la fonte issue du procédé de fusion retenu dans ce travail est conforme aux normes en vigueur pour les fontes EN-GJL-150 listées dans le tableau III.1.

Tableau IV.8. Caractérisation de la fonte grise 'EN-GJL-150' produite

Echantillon	Référence	Elément / Teneur (%)					Résistance à la traction (MPa)	Dureté Brinell HB
		Carbone	Silicium	Manganèse	Phosphore	Souffre		
Sortie des fours	SF-P1 ^(a)	3.81	2.21	0.95	0.07	0.032	162	207
	SF-P2 ^(a)	3.77	2.08	0.97	0.067	0.021	143	198
	SF-P3 ^(a)	3.74	2.24	0.94	0.057	0.015	147	198
	Moy.	3.77	2.18	0.95	0.065	0.023	150.67	201
Après inoculation en poche	IP-P1 ^(b)	3.74	2.52	0.95	0.057	0.013	151	182
	IP-P2 ^(b)	3.63	2.53	0.95	0.054	0.016	150	187
	IP-P3 ^(b)	3.84	2.52	0.94	0.062	0.013	150	182
	Moy.	3.74	2.52	0.95	0.058	0.014	150.33	183.7

^(a) Sortie des fours–Numéro de l'échantillon; ^(b) Après inoculation – Numéro de l'échantillon

IV.2.3.2. Etude de la microstructure de la fonte produite

Il est bien connu que les propriétés mécaniques des fontes dépendent strictement de leurs microstructures. Dans le cadre de ce travail, l'effet du diamètre de l'échantillon (qui induit un refroidissement non homogène) sur la microstructure de la fonte produite à la sortie des fours a été particulièrement étudié.

Dans les figures IV.9 (a-b), l'échantillon de 5 mm de diamètre, montre une structure perlitique avec des traces de cémentite dues à la présence du manganèse et au refroidissement rapide. Sur la figure (b) sans attaque chimique, on peut constater que la répartition du graphite est interdendritique sans orientation et dont la longueur des lamelles varie de 10 à 20 μm . En fait, les micrographies sans attaque chimique montrent d'une façon claire la répartition du graphite qui apparaît en noir après polissage sans attaque, parce qu'il est arraché superficiellement et que la cavité résultante ne réfléchit plus la lumière.

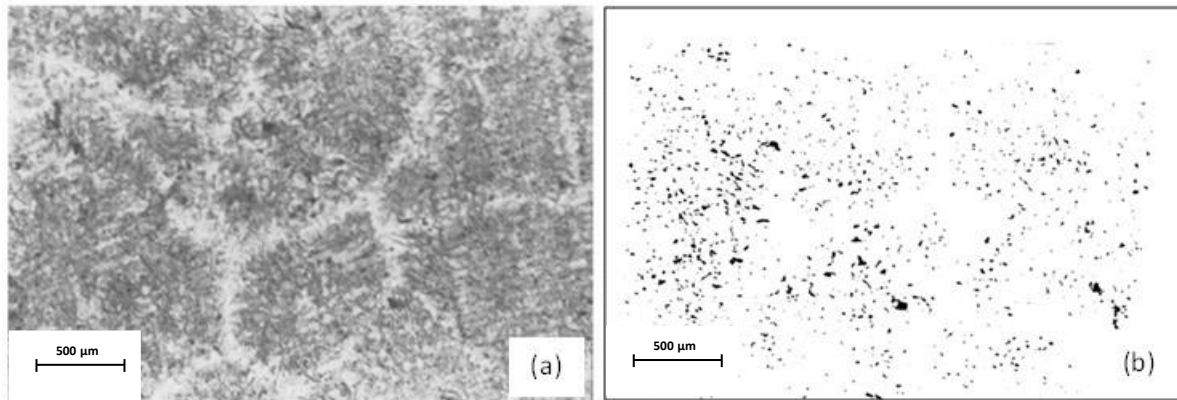
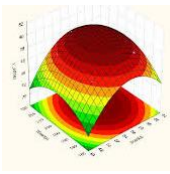


Figure. IV.9. Echantillon de diamètre 5mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique

Sur les figures IV.10 (a-b) prises au centre de l'échantillon de 10 mm de diamètre, on constate une structure perlitique avec présence des traces de ferrite et cémentite inférieure à 1%.

Sur la figure (b), on remarque que les lamelles de graphite, présentes à environ 5% dans la matrice, commencent à se précipiter ; cela peut s'expliquer par le refroidissement plus lent par rapport aux extrémités du jet. A noter que la longueur des lamelles varie de 10 à 40µm.

L'extrémité de l'échantillon de l'échantillon de 10 mm de diamètre montre une même matrice que pour celle du centre, i.e. une structure perlitique avec présence de ferrite et cémentite avec des teneurs inférieures à 1% (cf. figure IV.11(a)). Cependant, la répartition du graphite est interdendritique, groupé en colonie circulaire à cause du refroidissement rapide au contact des parois du moule (cf. figure IV.11(b)).

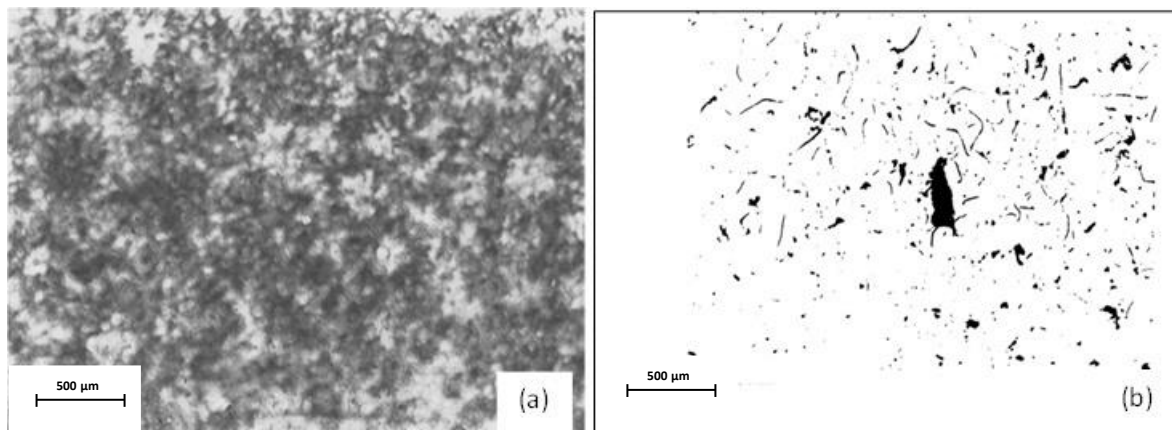


Figure. IV.10. Echantillon de diamètre 10mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise au centre x500

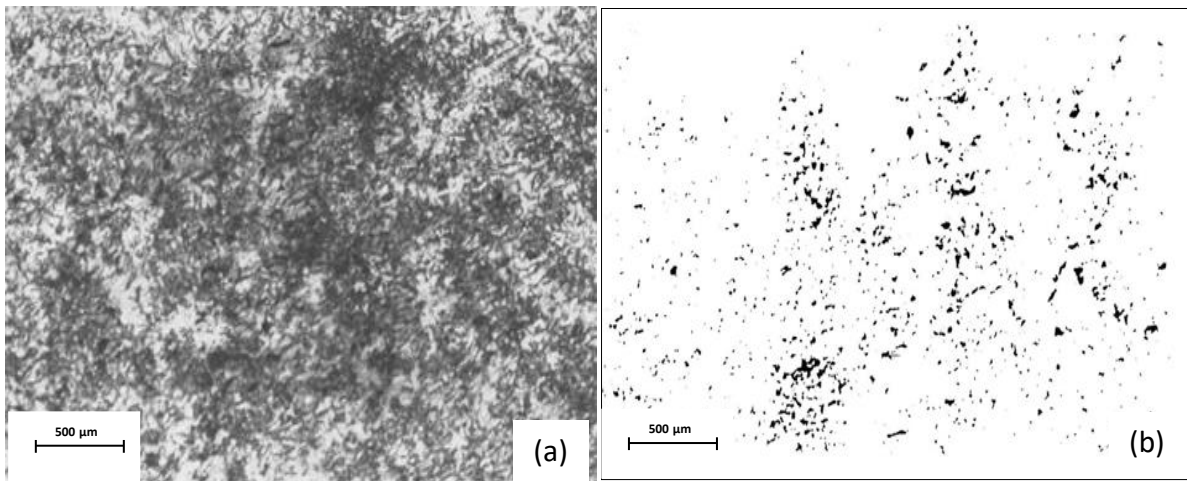
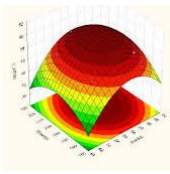


Figure. IV.11. Echantillon de diamètre 10mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise à l'extrémité x500

Dans les figures IV.12 (a-b), la micrographie prise au centre de l'échantillon de 20 mm de diamètre montre une structure perlitique avec présence de 2% de ferrite dans la matrice. En revanche, l'image sans attaque chimique (b) montre que le graphite est présent régulièrement à hauteur de 10 à 15% dans la matrice sous forme de rosette de longueur 40 à 250μm.

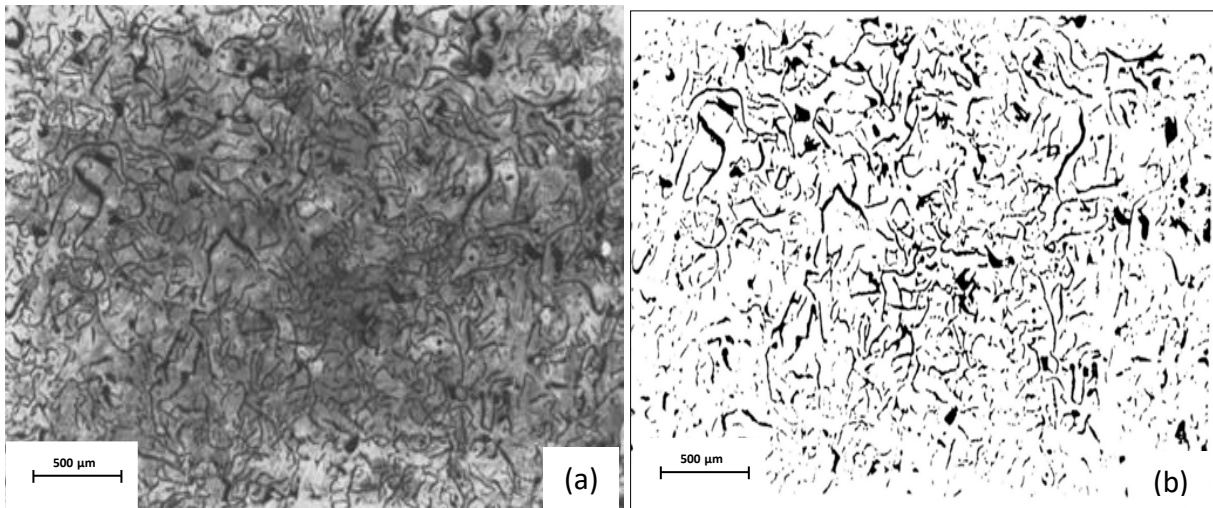
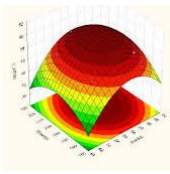


Figure. IV.12. Echantillon de diamètre 20mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise au centre x500



La figure IV.13(a) montre une micrographie de l'échantillon de 20 mm de diamètre, mais prise à l'extrémité. Cette micrographie révèle une structure perlitique avec présence de 1 à 2% de ferrite et des traces de cémentite inférieure à 1%. Par contre, la figure IV.13 (b), sans attaque chimique, montre que la répartition du graphite est interdendritique non-orientée et que la longueur des lamelles varie de 10 à 40 μ m.

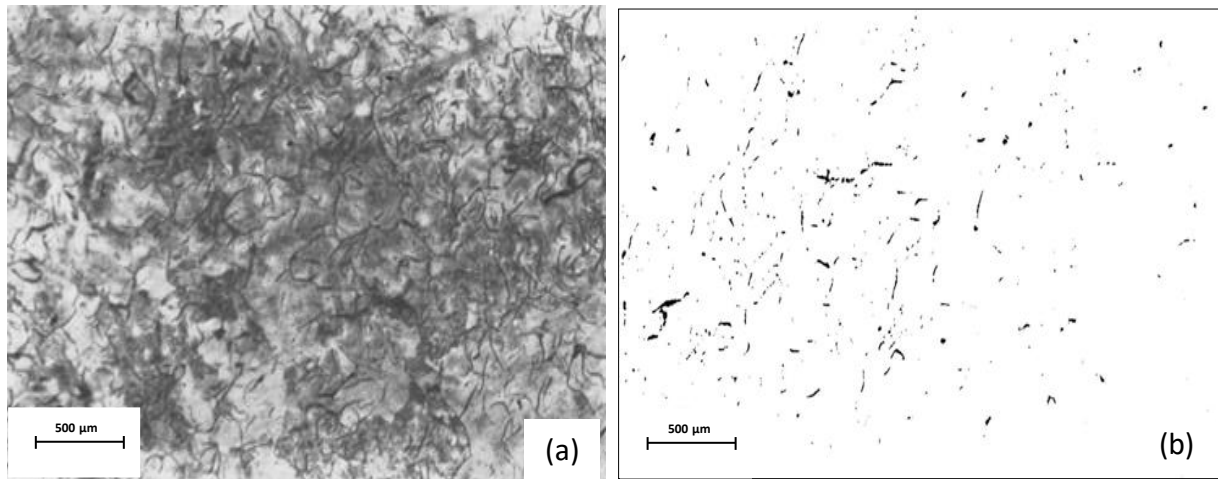


Figure. IV.13. Echantillon de diamètre 20mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise à l'extrémité x500

La figure IV.14 (a) représente une micrographie du centre de l'échantillon de 30 mm de diamètre attaqué chimiquement ; on y constate une structure perlitique avec présence de 3 à 5% de ferrite dans la matrice ainsi que des traces de cémentite. La micrographie de l'échantillon sans attaque chimique met par contre en évidence une répartition régulière des lamelles de graphite en forme de rosette en quantité de 15% dans la matrice, avec une longueur de lamelles variant de 40 à 250 μ m.

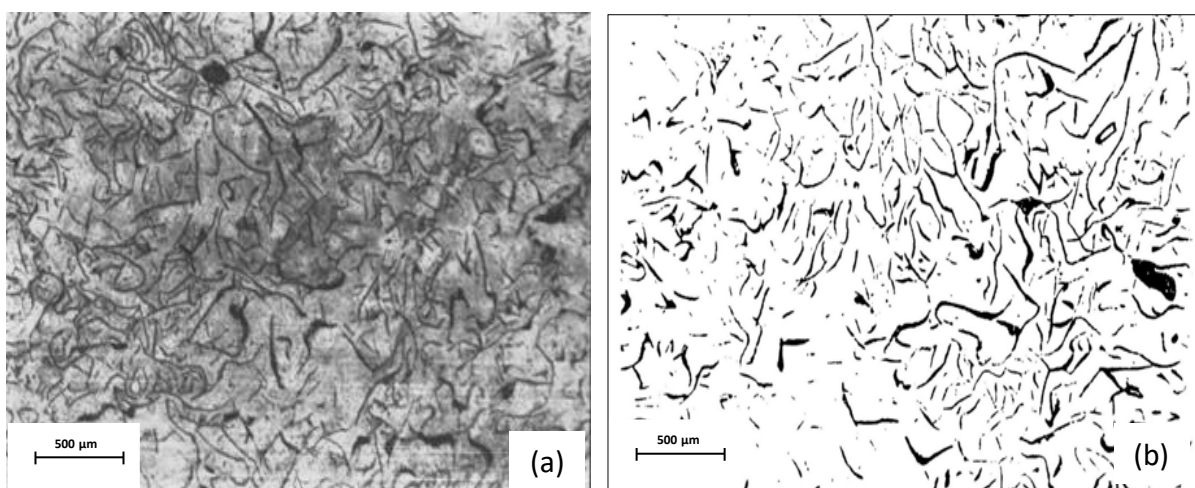
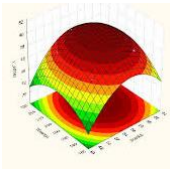


Figure. IV.14. Echantillon de diamètre 30mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise au centre x500



La micrographie prise à l'extrémité du même échantillon (30 mm de diamètre) attaqué chimiquement est donnée par la figure IV.15 (a) ; elle montre une structure perlitique avec présence de 3 à 5% de ferrite. La micrographie de l'échantillon non-attaqué chimiquement (Figure IV ;15-b) montre par contre une répartition plus au moins régulière du graphite en forme de rosette en quantité de 10 à 15 % dans la matrice avec longueur des lamelles variant de 25 à 250 μm .

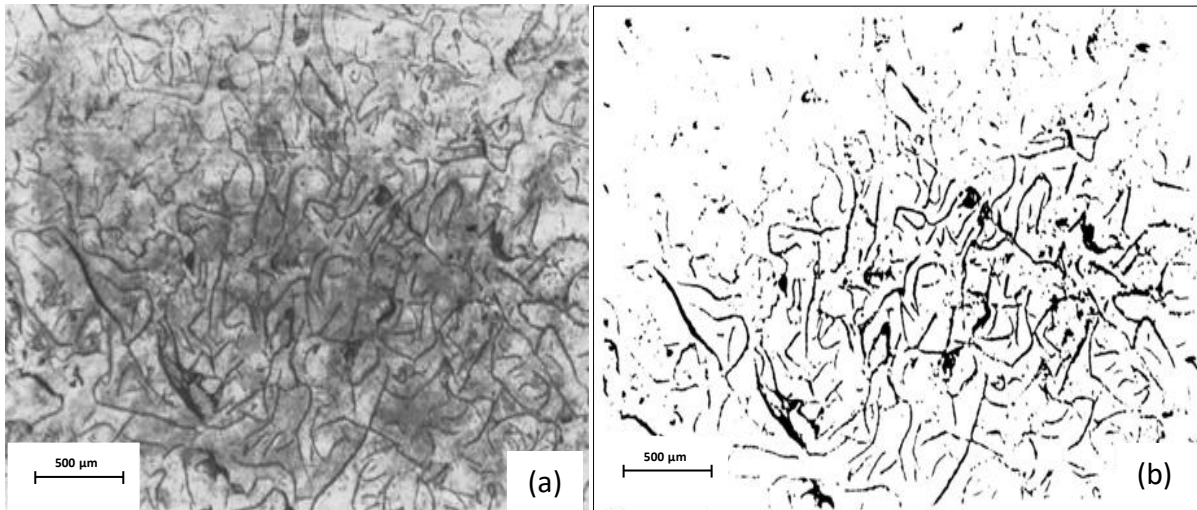


Figure. IV.15. Echantillon de diamètre 30mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise à l'extrémité x500

Enfin, les figures IV.16 et IV.17 donnent les micrographies de l'échantillon de 40 mm de diamètre au centre et à l'extrémité, respectivement. On constate sur les micrographies sans attaque chimique (Figure IV.16-b et IV.17-b) une structure perlitique avec présence de 5% de ferrite dans la matrice et des traces de cémentite ($< 1\%$).

Par contre, dans les micrographies avec attaque chimique on constate que :

- Pour celle prise au centre (figure IV.16-a), une répartition irrégulière du graphite en grosses lamelles est nettement mise en évidence avec une longueur de ces lamelles de 40 à 250 μm .
- Pour celle prise à l'extrémité (figure IV.17-a), une répartition régulière du graphite en quantité de 10 à 15% en lamelles plus fine par rapport au cœur de l'échantillon. La longueur de ces lamelles varie de 25 à 250 μm , et ceci est dû essentiellement au refroidissement plus rapide.

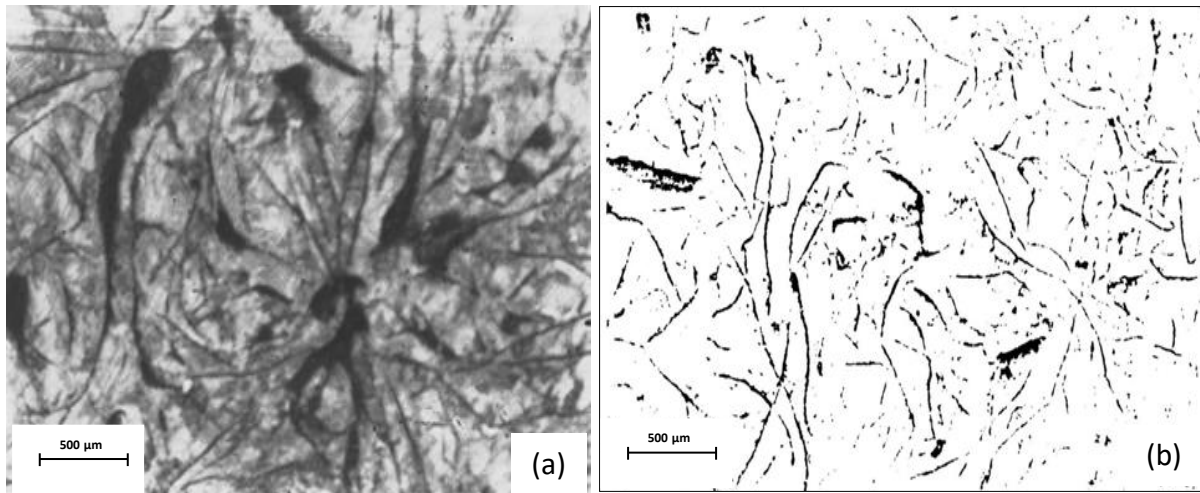
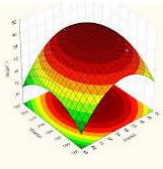


Figure IV.16. Echantillon de diamètre 40mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise au centre x500

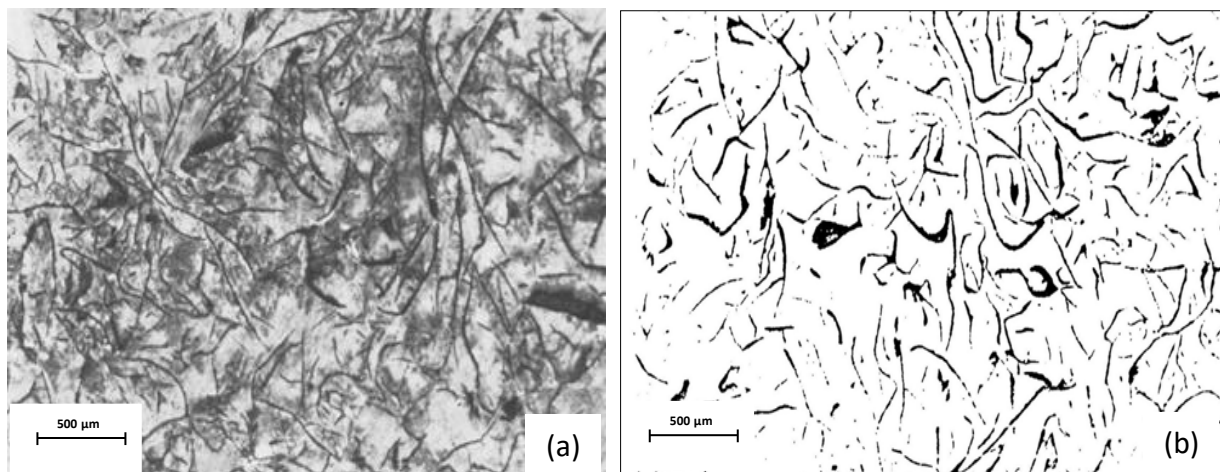


Figure. IV.17. Echantillon de diamètre 40mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise à l'extrémité x500

Les figures IV.18 et IV.19 ci-après présentent les micrographies prises au centre et à l'extrémité d'un échantillon de 32 mm de diamètre, coulé à une température de 1392 °C, et ce, après inoculation par FeSi75 dans la poche.

On remarque de ces micrographies que la structure de cet échantillon est totalement perlitique de l'extrémité au centre, avec une présence de 1 à 5% de ferrite dans la matrice.

Par ailleurs, les figures sans attaque chimique (IV.18-b et IV.19-b) mettent clairement en évidence la répartition régulière du graphite en rosette en quantité de 10 à 15% dans la matrice de l'extérieur vers l'intérieur. La longueur de ces lamelles de graphite varie de 40 à 120 µm, et ce, du fait de l'action de l'inoculant.

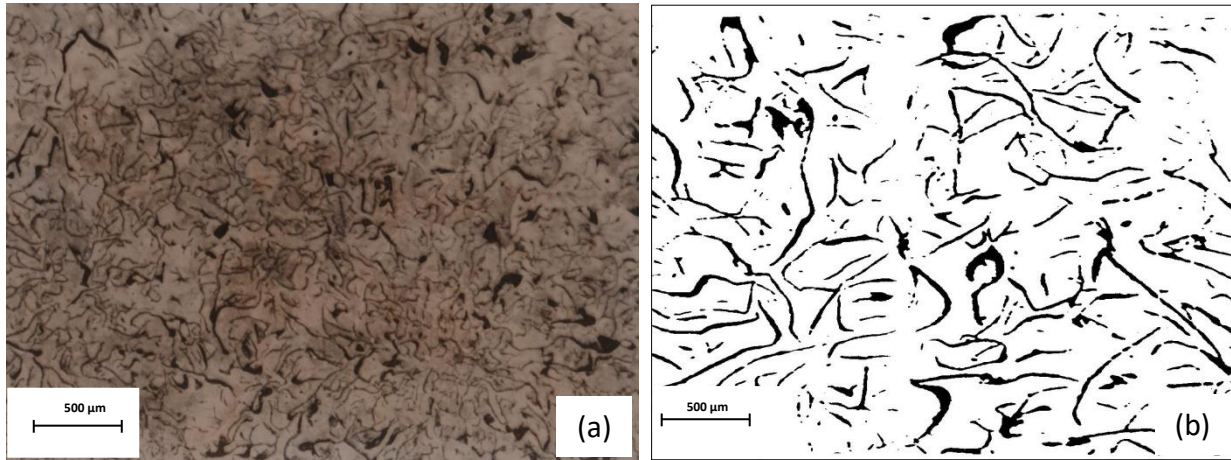
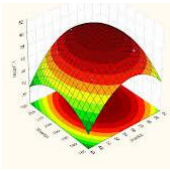


Figure. IV.18. Echantillon de diamètre 32mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise au centre x500

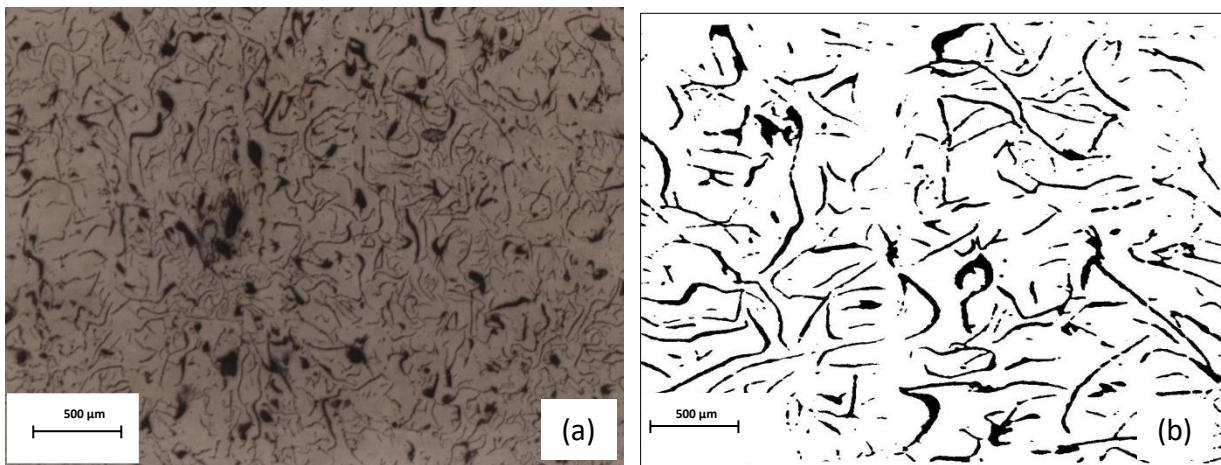
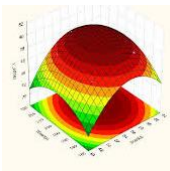


Figure. IV.19. Echantillon de diamètre 32mm : (a) avec attaque chimique, (b) sans attaque chimique. Image prise à l'extrémité x500

En conclusion à l'analyse micrographique, on peut dire que les échantillons attaqués chimiquement au NITAL sont caractérisés par une structure perlitique, et que :

- Pour les échantillons de diamètres 5 et 10 mm, la répartition du graphite est interdendritique avec des lamelles très fines de 10 à 15 μ m, à cause du refroidissement rapide (au contact avec les parois du moule).



- Pour les échantillons de diamètre 20, 30 et 40 la répartition du graphite en forme de rosette est régulière de l'extérieur vers l'intérieur, avec des lamelles de graphite, de longueur 10 à 250 μm pour le premier échantillon et 25 à 250 μm pour les deux derniers.

Par conséquent, l'alliage élaboré possède une microstructure caractérisée par une structure perlitique avec la présence de 1 à 5% de ferrite dans la matrice et des traces de cémentite dues au manganèse, comme tous les éléments qui diminuent la température eutectique, se rassemblent dans le métal qui reste liquide en dernier ; c'est-à-dire aux limites des cellules eutectiques. Etant donné qu'il augmente la stabilité de Fe_3C en s'y associant sous forme de Mn_3C , sa ségrégation a pour effet de maintenir sur le pourtour des cellules un réseau à structure perlitique. La largeur de ce réseau augmente avec la teneur en manganèse. En outre, le graphite forme dans chaque cellule une rosette alors que l'intérieur des cellules est encore ferritique.

IV.3. ETUDE PAR PLAN D'EXPERIENCES DE L'USURE DES OUTILS ELABORES

Le Tableau IV.9 suivant regroupe les résultats des 9 expériences du tableau III.7 représentant la matrice d'expériences du Plan Factoriel Complet (PCF 2^3) mis en place pour étudier l'usure d'échantillons élaborés à partir de la fonte produite, dans le cadre d'un potentiel usage comme outil de coupe pour le bois.

Tableau IV.9. Résultats des expériences réalisées dans le cadre du PCF 2^3

Expériences	X ₁	X ₂	X ₃	Y
Essai 1	-1	-1	-1	0.5
Essai 2	1	-1	-1	0.05
Essai 3	-1	1	-1	7.6
Essai 4	1	1	-1	7.5
Essai 5	0	0	0	4.2
Essai 6	-1	-1	1	0.6
Essai 7	1	-1	1	0.5
Essai 8	-1	1	1	7.7
Essai 9	1	1	1	7.6

Y : Taux d'usure (%), X₁ : Vitesse de rotation (tr/min). X₂ : Surface de contact (mm^2), X₃ : Charge appliquée (kgf).

Ces résultats ont constitué le jeu de calibration ayant servi à la régression linéaire aboutissant au modèle donné par l'équation 13 (chapitre III). Les paramètres de ce modèle ainsi que l'analyse de variance (Analyse ANOVA) ont été effectués en utilisant le logiciel JMP.

Le tableau IV.10 suivant regroupe les valeurs des coefficients du modèle élaboré, l'écart type ainsi que la statistique de Student pour un risque de 5%.

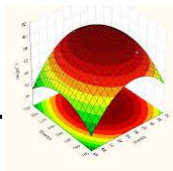


Tableau IV.10. Estimation et test des coefficients du modèle (Eq 13-Chap. III)

Terme	Estimation	Écart-type	Prob.> t
a ₀	4.0278	0.0520	0.0002
a ₁	-0.0937	0.0551	0.2313
a ₂	3.5937	0.0551	0.0002*
a ₃	0.0937	0.0551	0.2313
a ₁₂	0.0437	0.0551	0.5108
a ₁₃	0.0437	0.0551	0.5108
a ₂₃	-0.0437	0.0551	0.5108

De ces valeurs on peut tirer les constatations suivantes :

- ✓ L'effet le plus important sur le taux d'usure est celui de la surface de contact ; il est positif comme on pouvait s'attendre et vaut 38 fois l'effet de la vitesse de rotation ainsi que l'effet de la charge appliquée.
- ✓ L'effet de la charge appliqué est positif comme il était attendu alors que l'effet de la vitesse de rotation est négatif, c'est-à-dire qu'une grande vitesse de rotation implique une diminution du taux d'usure.

L'équation de prévision élaborée dans le cadre du PFC 2³ suivi est donnée ci-dessous:

$$Y = 4.028 - 0.094.X_1 + 3.594.X_2 + 0.094.X_3 + 0.044.X_1.X_2 + 0.044.X_1.X_3 - 0.044.X_2.X_3 \quad (IV.3)$$

La figure IV.20 suivante représente les valeurs expérimentales des 9 essais en fonction des valeurs calculées par le modèle donné par l'équation (3).

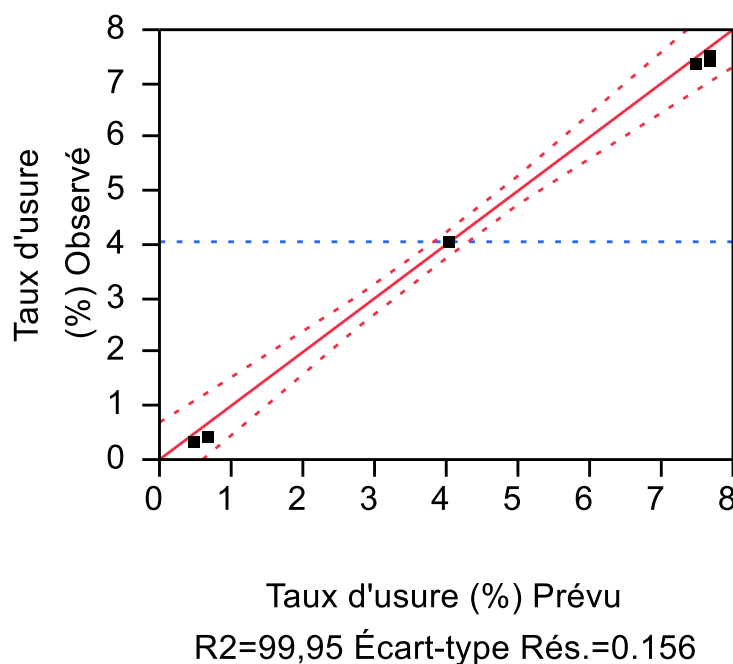
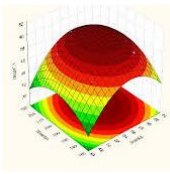


Figure IV.20. Valeurs expérimentales vs. Valeurs calculées par le modèle équation (IV.3)



Sur cette figure on peut constater l'excellente concordance entre les valeurs expérimentales et les valeurs calculées par le modèle élaboré, avec une valeur du coefficient de détermination de 99.95%.

La figure IV.21 ci-après représente le diagramme d'iso-réponse fixant un intervalle optimisé de la réponse i.e. le taux d'usure entre 0 et 5 % en fonction des facteurs X_1 , X_2 et X_3 . Sur ce diagramme les zones écartées du domaine d'étude (où le taux d'usure dépasse 5%) sont représentées en couleur rose. Par conséquent, la zone en blanc au milieu représente les domaines des facteurs X_1 et X_2 pour lesquels est obtenue une réponse optimale inférieure à 5%. On notera donc que :

- ✓ la vitesse de rotation peut en effet être fixée à n'importe quelle valeur de son domaine d'étude entre 110 et 450 tr/min ;
- ✓ la charge appliquée peut aussi varier dans tout son domaine d'étude entre 10 et 20 kgf ;
- ✓ la surface de contact par contre ne doit pas dépasser une valeur de 0.25 en variable codée, c'est-à-dire 57.5 mm².

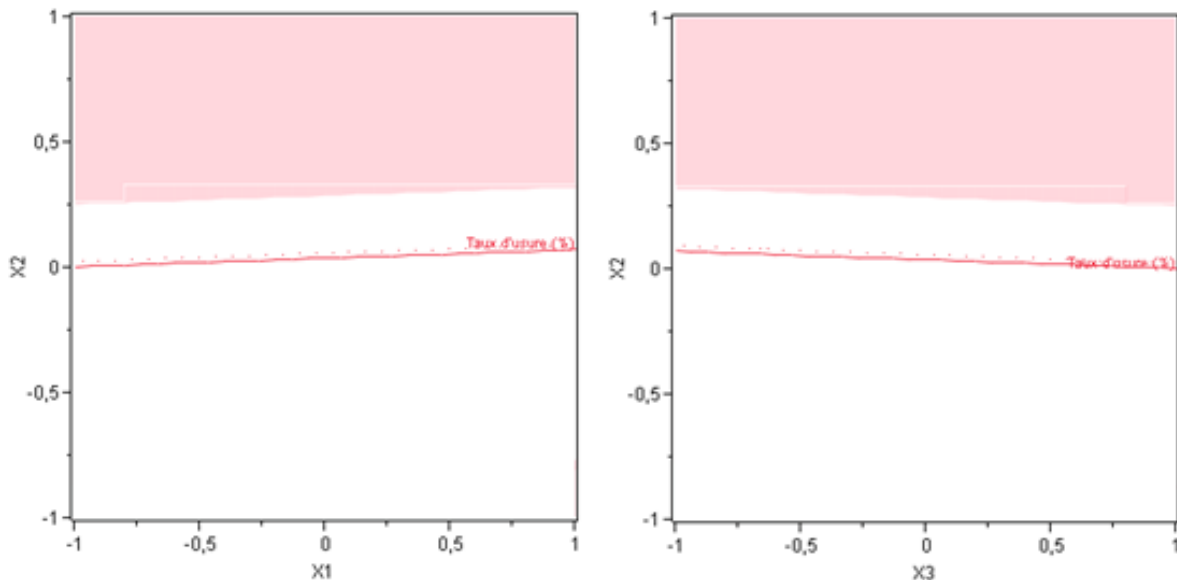


Figure IV.21. Diagramme d'iso-réponse : Taux d'usure vs. (X_2, X_1) et (X_2, X_3)

La figure IV.22 suivante représente la surface de réponse calculée par le modèle donné par l'équation (3), en fonction des facteurs X_1 et X_3 . Sur cette figure, on peut constater l'effet positif de X_3 et négatif de X_1 sur la réponse, i.e. que : l'augmentation de la valeur de la charge implique un taux d'usure plus important d'un côté, alors que l'augmentation de la vitesse de rotation conduit à sa diminution.

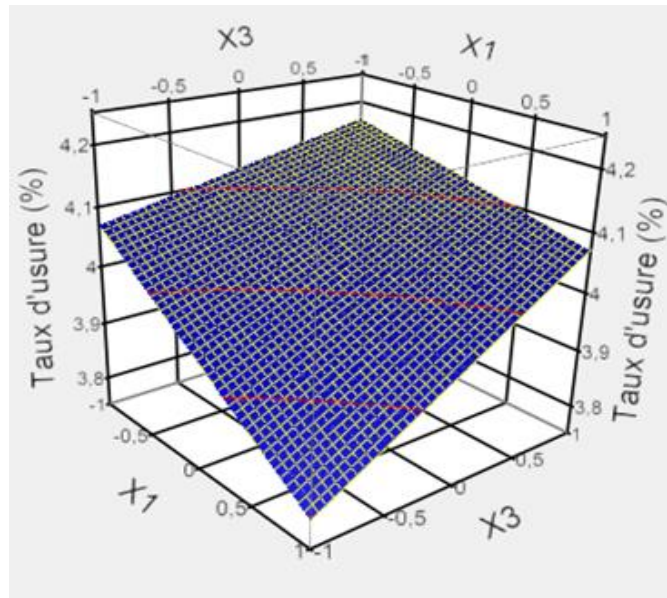
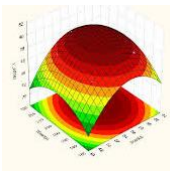


Figure IV.22. Profil 3D de la surface de réponse vs. X_1 et X_3

Enfin, la figure (IV.23) suivante représente la fonction désirabilité en fonction des 3 facteurs étudiés. Cette fonction a été optimisée sur le critère d'un taux d'usure minimal et par conséquent :

- ✓ Une valeur proche de zéro de la fonction désirabilité veut dire que la situation n'est pas désirée, autrement dit que le taux d'usure est grand, voire maximal ;
- ✓ Une valeur proche de 1 signifie que la situation est désirée et que le taux d'usure est minimal.

Sur cette figure on constate que la situation idéale est obtenue pour $X_1 = 450$ tr/min, $X_2 = 20$ mm² et $X_3 = 10$ kgf et ce pour une désirabilité de 0.97.

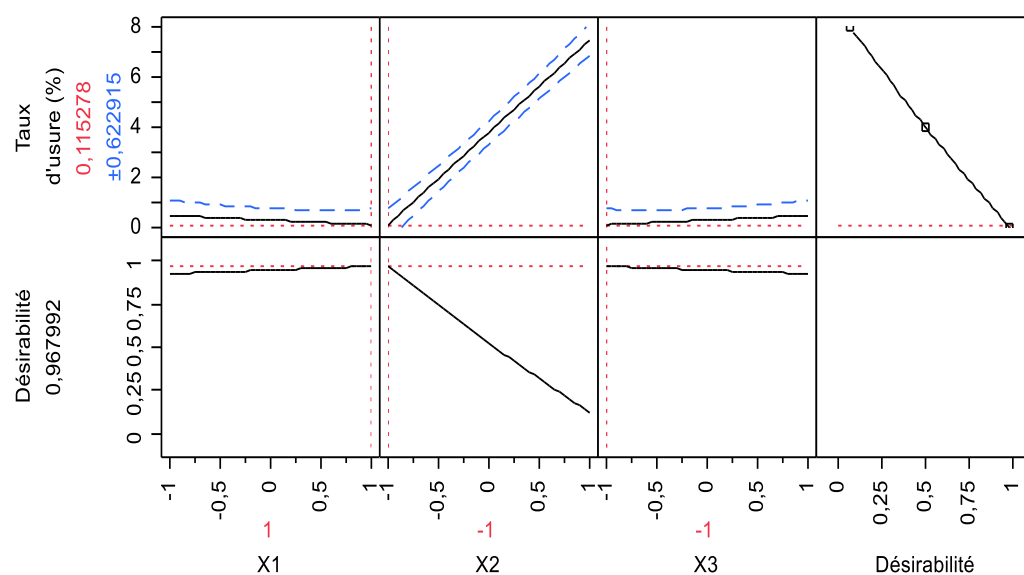


Figure IV.23. Fonction désirabilité pour l'optimisation du taux d'usure

CONCLUSION GENERALE & PERSPECTIVES

Conclusion générale

Dans le cadre de notre travail de thèse nous avons montré que la fonte brute locale algérienne riche en manganèse pouvait être utilisée pour produire de la fonte grise lamellaire EN-GJL-150, jusqu'à présent importée pour les besoins en fonderies. Pour cela, nous avons utilisé comme matière première de la fonte brute de première fusion qui nous a été fournie par le complexe sidérurgique d'El-hadjar et nous avons entamé notre travail par la réalisation de statistiques descriptives sur sa composition notamment en termes de manganèse et de silicium. Les résultats ont montré que la teneur en Mn variait de 1,8 à 3,2% avec une moyenne telle que : $Mn\% = 2,457 \pm 0,133$, tandis que la teneur en Si variait de 0,28 à 1,05% avec une moyenne telle que : $Si\% = 0,682 \pm 0,088$. Par la suite, nous avons étudié et mis en œuvre un procédé de fusion à échelle industrielle, permettant de réduire la teneur en Mn d'une part, et de corriger la composition de l'alliage d'autre part, afin de respecter la norme en vigueur pour la fonte en question. Le procédé de fusion mis en œuvre a consisté à utiliser deux fours de taille industrielle en mode duplex : un four rotatif et un four à arc électrique et les expériences réalisées ont montré qu'il était possible de réduire la teneur en manganèse dans le métal chaud de 2,45 % à moins de 0,95 % à 1300°C. D'un autre côté, le suivi de l'oxydation du manganèse a montré qu'elle obéissait à une cinétique du premier ordre, avec les valeurs suivantes des coefficients de vitesse : $0,0043 \text{ min}^{-1}$ dans le four rotatif et $0,0020 \text{ min}^{-1}$ dans le four à arc électrique.

D'un autre côté, le suivi de la dureté au cours du processus de fusion en fonction de la diminution de la teneur en Mn a montré que la dureté Brinell diminuait de 207,33 à 149,67 (soit une diminution de 27,81 %) tandis que la dureté Rockwell diminuait de 32,15 à 19,67 (soit une diminution de 38,83 %), lorsque la teneur en Mn baissait de 2,45 % à 0,94 %.

Les examens métallographiques effectués sur des échantillons moulés, à partir du métal fondu en sortie des fours ont indiqué que la fonte produite avait une microstructure perlitique avec une faible fraction de ferrite (1 à 5 %) dans la matrice et des traces de cémentite.

Les essais d'usure effectués sur des outils -destinés éventuellement à l'usinage du bois-moulés à partir de la fonte produite, selon une approche par la méthodologie des plans d'expériences ont montré que la surface de contact [$S \text{ (mm}^2\text{)}$] était le facteur le plus significatif avec un effet valant 38 fois celui de la vitesse de rotation du tour [$N \text{ (tr/min)}$] et 52 fois celui de la charge appliquée [$p \text{ (kgf)}$]. Ces essais ont abouti à une modélisation du taux d'usure en fonction des facteurs étudiés permettant ainsi un entretien préventif dans le cadre de la fonction maintenance, et à une optimisation par la fonction désirabilité des conditions opératoires, trouvées telles que : $N = 450 \text{ tr/min}$; $S = 20 \text{ mm}^2$; $P = 10 \text{ kgf}$, pour une valeur de désirabilité de 0.968.

De ce fait on peut affirmer que la fonte issue du procédé de fusion mis en œuvre dans ce travail est conforme aux normes en vigueur pour les fontes EN-GJL-150, tandis que les pièces produites à partir de cette fonte présentent une assez bonne tenue à l'usure.

Perspectives

Au vu des résultats obtenus il sera intéressant :

- De poursuivre cette étude, par des essais avec la fonte d'affinage d'EL HADJAR en la mélangeant d'une part, avec le retour de production et d'autres part, avec la ferraille d'acier, ce qui permettra une diminution du temps d'oxygénation du Manganèse et une amélioration des caractéristiques mécaniques et technologiques du produit obtenu.
- D'avoir de la fonte d'affinage d'EL HADJAR ayant un taux de Manganèse constant
- D'insérer un dispositif de démanganésation dans la section de fusion qui influera de manière positive sur la production.
- De remplacer le revêtement basique du four à arc électrique par celui acide, indispensable pour diminuer l'action nocive du laitier sur le revêtement du four.

L'autre perspective du travail futur est d'étudier notamment la possibilité d'obtention de la fonte G .S (à graphite sphéroïdal) à base de la fonte d'affinage D'EL HADJAR, substituant ainsi de nombreux matériaux métalliques dont notamment l'acier.

Nous souhaiterions que ces compléments techniques d'orientations soient pris en considération par l'entreprise au même titre que les résultats initiaux.



ANNEXES



A1. NORME TGL 15477/03

Structure des échantillons de différents diamètres

Diamètre (mm)	Échantillons type I (Photos incluses dans la thèse)	Échantillons type II (Photos non incluses dans la thèse)
5	GLM.I jusqu'à 5% GLG(2 -3)(10-25) μ m; GLA,4 fine inter dendritique ferrite <1% structure perlitique	GLM3(10 -15%) ; GLG(3-4) (10-40) μ m GLA.4 Régulier inter dendritique, ferrite 5% ; cémentite <1%. Structure perlitique
10	GLM.1 jusqu'à 5%, GLG (3-4)(10-40) μ m GLA4 grosse et fine inter dendritique ferrite 3% ; cémentite <1% ; structure perlitique	GLM.3 (10 -15) ; GLG (3-4) (10 -40) μ m ; GLA.2 inter dendritique fin, ferrite 3% - 5% cémentite 1% ; structure perlitique
20	GLM.3 jusqu'à (10% -15%)GLG(5-6) (40- 250) μ m GLA3. Rosette élargie régulière ; ferrite 5%- 10%, cémentite <1% structure perlitique	GLM3. Jusqu'à (10-15%) ; GLG(3-5) 510-40) μ m GLA2. Rosette élargie irrégulière ; ferrite (5%-10%) ; cémentite<1%. Structure perlitique
30	GLM4 15%, GLG (4-6) (40- 250) μ m GLA.1 régulier au bord ; GLM.15 GLG(4-6) (25- 250) μ m GLA1. Et3 régulier et rosette élargie ; ferrite (2%-3%)au centre ; (5%) au bord ; cémentite 1% structure perlitique	GLM3(10%-15%) ; GLG3 – 6 (10-250) μ m inclusion de graphite irrégulier ; rosette élargie interdendritique GLA (1 – 3) ferrite (2% - 3%) au centre ; (3% - 5%) au bord ; cémentite <1% structure perlitique
40	GLM.3 (10% -15%) ; GLG 4-6 (25- 250) μ m GLA ; graphite régulier au bord ; GLM4 15% ; GLG (40-250) μ m ; GLA3 en rosette ; inclusion de graphite au centre ferrite (3%-5%) au centre ; 5% - 10%) au bord cémentite <1% structure perlito-ferritique	GLM3(10%-15%) ; GLG 5 – 6 graphite irrégulier GLA (2 – 3) avec inclusion de graphite ; ferrite (5% - 10%) au bord, 53%- 5%) au centre ; cémentite <1% structure perlito- ferritique

GLM : graphite dans la matrice

GLG : longueur des lamelles de graphite dans la matrice

GLA : répartition du graphite dans la matrice



A2. ESSAIS METALLOGRAPHIQUES

N°	Echantillon standardisés, prélevés à partir de la charge élaborée
1/1	GLM3(10%-15%) : GLG par plage ; GLG3 et GLG 6 ; GLG 4 fin ; graphite en rosette avec un peu d'inclusion de graphite dans la matrice ; graphite régulier au bord. Ferrite (1% à 5%) trace de cémentite et d'eutectique phosphoreux. Structure perlitique
2/2	GLM3(10%-15%) : GLG par plage ; GLG3 et GLG 6 ; GLG 4 fin ; graphite en rosette avec un peu d'inclusion de graphite dans la matrice ; graphite plus régulier au bord. Ferrite (1% à 5%) trace de cémentite et d'eutectique phosphoreux. Structure perlitique
3/3	GLM3(10%-15%) ; GLG5et GLG 6 par plage de GLG3 ; GLA3 graphite en rosette élargie et GLA4 fin ;inter dendritique fin avec inclusion de graphite dans la matrice. Ferrite (1% à 5%) trace de cémentite et d'eutectique phosphoreux. Structure perlitique
4/4	GLM3(10%-15%) : GLG par plage ; GLG3 et GLG 6 ; GLG 4 fin ; graphite en rosette avec un peu d'inclusion de graphite dans la matrice ; graphite régulier au bord. Ferrite (1% à 5%) trace de cémentite et d'eutectique phosphoreux. Structure perlitique
5/5	GLM3(10%-15%) ; GLG4 et GLG 6 ; GLG 3 ; graphite en rosette élargie avec inclusion de graphite dans la matrice ; tendance régulière du centre vers l'extérieur. Ferrite (1% à 5%) trace de cémentite et d'eutectique phosphoreux. Structure perlitique
6/6	GLM3(10%-15%) ; GLG4 et GLG 5 ; GLG 3 par plage. graphite en rosette élargie avec quelques 'inclusions de graphite dans la matrice. Ferrite (1% à 5%) trace de cémentite et d'eutectique phosphoreux. Structure perlitique



A3. NORME NFA 32-101

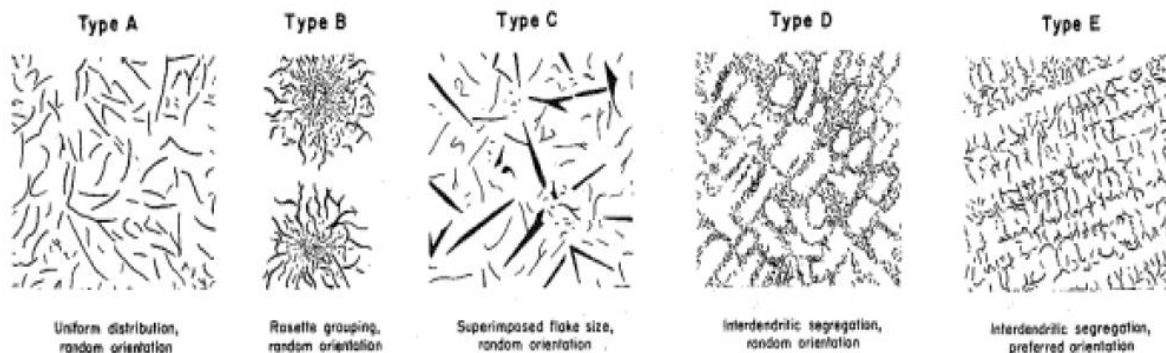
Les fontes faisant l'objet de la norme française NFA 32- 10& ont habituellement une composition chimique comprise dans l'intervalle suivant :

- Carbone : 2,8% - 4,0%
- Silicium : 1,0% -3,0%
- Manganèse : 0,3% -1,2%
- Soufre : <0,2%
- Phosphore : <2%
- Fer : reste
- Impureté : Cu, Ni, Cr, Ti, Al, etc.....

Les variation des principales caractéristique mécanique en fonction de l'épaisseur ou du diamètre pour quelques qualités des fontes grises non alliées faisant partie de la norme NFA 32-101 sont données dans le tableau suivant :

Qualité	Diamètre de l'éprouvette (mm)	Résistance à la traction (dan/mm ²)	Dureté Brinell (HB) (dan/ mm ²)
Ft 15D	20	16+26	240+300
Ft20 D	20	21+30	200+270
Ft 25D	20	26+36	220+275
Ft 30D	20	31+38	240+280

A.4. TYPES DE GRAPHITE LAMELLAIRE DANS LES FONTES GRISES



ملخص :

يركز عمل أطروحة الدكتوراه هذه على دراسة الحديد الخام المحلي الغني بالمنجنيز وكذلك إمكانية استخدامه لتصنيع أدوات القطع ، بهدف فهم وتحسين مقاومة التآكل.

في الخطوة الأولى ، درسنا إنتاج EN-GJL-150 المعياري من الحديد الزهر من خلال إعداد عملية صهر جديدة باستخدام و دمج نوعين من الأفران الصناعية في وضع 'Duplex' . بدأنا عملنا بالإحصاء الوصفي على ثلاثين عينة من المواد الخام تم اختيارها عشوائياً من أجل تقييم متوسط التركيب الكيميائي لها. أظهرت النتائج أن محتواها من المنجنيز كان مرتفعاً جداً وتفاوت من 1.8 إلى 3.2٪ بفواصل ثقة : $Mn = 2.457 \pm 0.133$ ، بينما كان محتواها من السيليكون منخفضاً جداً وتراوح من 0.28 إلى 1.05٪ بفواصل ثقة : $Si = 0.682 \pm 0.088$. لذلك أنشأنا عملية "تصحيح / إزالة المنجنيز" التي أجريناها والتحكم فيها على المعدن المنصهر في سلسلة من فرنين على نطاق صناعي: فرن دوار وفرن قوس كهربائي. أشارت تجاربنا التي تم إجراؤها إلى أنه كان من الممكن تقليل محتوى المنجنيز في المعدن المنصهر من 2.46٪ إلى أقل من 0.95٪ عند 1300 درجة مئوية. أجرينا أيضاً مراقبة حركية لأوكسدة المنجنيز باستخدام نموذج الدرجة الأولى ووجدنا أن ثابت السرعة كان 0.0043 و 0.0020 دقيقة⁻¹ في الفرن الدوار وفرن القوس الكهربائي ، على التوالي. تم التحكم أيضاً في صلابة برينل وروكويل أثناء عملية الذوبان وفقاً لانخفاض محتوى المنجنيز ، والتي تعتمد عليها بشدة ؛ أظهرت النتائج أن صلابة برينل وروكويل انخفضت بنسبة 38.83٪ و 27.81٪ على التوالي ، عندما انخفض محتوى المنجنيز من 2.46٪ إلى 0.94٪. أشار التصوير المجهر البصري إلى أن الحديد الزهر الخارج من الأفران يحتوي على بنية مجهرية من البرليت مع أجزاء منخفضة من الفريت (من 1 إلى 5٪) في المصفوفة وآثار من السمنتيت وأنه يتوافق مع المعايير المعمول بها لحديد الزهر EN-GJL-150.

أخيراً ، في الجزء الثاني ، أجرينا اختبارات التآكل على عينات مصبوبة من حديد الزهر هذا من خلال اعتماد منهجية الخطط التجريبية. ثم درسنا التأثيرات على التآكل لثلاثة عوامل ، وهي: سرعة دوران المخرطة ، و سطح التلامس ، والحمل المطبق. أظهرت النتائج أن منطقة التلامس كانت العامل الأكثر دلالة حيث كان تأثيرها 38 مرة سرعة الدوران و 52 مرة الحمل المطبق. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها مقاومة تآكل جيدة إلى حد ما لعيناتنا.

الكلمات الرئيسية: حديد الزهر EN-GJL-150 ؛ الشطب حركية. الوراثة ، الميكروغرافيا ، التآكل.

Abstract

The work of this doctoral thesis focuses on the study of a local pig iron rich in manganese as well as the possibility of its use for the manufacture of cutting tools, with the objective of understanding and improving their wear resistance.

In a first step, we studied the production of cast iron standardized EN-GJL-150 by setting up a new melting process using, or even combining, 2 types of industrial furnaces in duplex mode. We began our work with descriptive statistics on thirty samples of raw material chosen at random in order to evaluate its average chemical composition. The results showed that its manganese content was too high and that it varied from 1.8 to 3.2% with a confidence interval such as: $Mn\% = 2.457 \pm 0.133$, while its silicon content was too low and varied from 0.28 to 1.05% with a confidence interval such that: $Si\% = 0.682 \pm 0.088$. We therefore set up a 'correction/demanganisation' process which we performed and controlled on the molten metal in a cascade of two furnaces on an industrial scale: a rotary furnace and an electric arc furnace. Our experiments carried out indicated that it was possible to reduce the manganese content in the molten metal from 2.46% to less than 0.95% at 1300°C. We also performed kinetic monitoring of manganese oxidation using the first-order model and the values of rate coefficients were found to be 0.0043 and 0.0020 min⁻¹ in the rotary kiln and the electric arc furnace, respectively. Brinell and Rockwell hardnesses were also controlled during the melting process according to the decrease in manganese content, on which they depend strongly; the results showed that the Brinell and Rockwell hardnesses decreased by 38.83% and 27.81% respectively, when the manganese content decreased from 2.46% to 0.94%. Optical micrography indicated that the cast iron coming out of the furnaces had a pearlitic microstructure with a low fraction of ferrite (1 to 5%) in the matrix and traces of cementite and that it complied with the standards in force for cast irons EN-GJL-150.

Finally, in a second part, we carried out wear tests on samples molded from this cast iron by adopting the methodology of experimental designs. We then studied the effects on wear of three factors, namely: the speed of rotation of the lathe, the contact surface and the applied load. The results showed that contact area was the most significant factor with an effect 38 times that of rotational speed and 52 times that of applied load. The results obtained showed a fairly good wear resistance of our samples.

Keywords: Cast iron EN-GJL-150; Demanganization; heredity, Kinetic; Micrography, Wear.