



HAL
open science

Microstructures, à l'état brut de coulée et après recuit de graphitisation, de fontes en fonction de leurs teneurs en Si et en Cr et de la durée du recuit

Marie Bessere, Patrice Berthod

► To cite this version:

Marie Bessere, Patrice Berthod. Microstructures, à l'état brut de coulée et après recuit de graphitisation, de fontes en fonction de leurs teneurs en Si et en Cr et de la durée du recuit. 2023. <hal-04165267v2>

HAL Id: hal-04165267

<https://hal.science/hal-04165267v2>

Preprint submitted on 20 Jul 2023

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

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



Distributed under a Creative Commons CC BY-NC-ND 4.0 - Attribution - Non-commercial use - No Derivative Works - International License

Microstructures, à l'état brut de coulée et après recuit de graphitisation, de fontes en fonction de leurs teneurs en Si et en Cr et de la durée du recuit

As-cast and heat-treated microstructures of cast irons versus their Si and Cr contents and the heat-treatment duration

Marie Bessere, Patrice Berthod

Université de Lorraine
Faculté des Sciences et Technologies, Campus Victor Grignard, Boulevard des Aiguillettes,
54500 Vandoeuvre-lès-Nancy, France
Courriel : patrice.berthod@univ-lorraine.fr

Soumis le 18 juillet 2023 / Submitted on July 18th, 2023

Citation : M. Bessere, P. Berthod, hal-04165267 (2023)
<https://hal.science/hal-04165267>

Résumé : Les fontes industrielles ne se solidifient pas toujours suffisamment lentement pour éviter l'apparition de cémentite. Quand une bonne ténacité est requise pour les pièces ce carbure de fer (Fe_3C) doit être éliminé, ou du moins sa présence fortement réduite, généralement par le biais d'un traitement thermique habituellement nommé « traitement de graphitisation ». Ce dernier se définit par sa température de palier et par sa durée. Ces deux paramètres sont généralement réglés en fonction de la quantité initiale de cémentite et de la quantité que l'on peut tolérer à l'issue du traitement. Mais interviennent aussi le caractère « graphitisant » et le caractère « carburigène » de la fonte. Dans le présent travail, conduit pour des fontes solidifiées rapidement (petits lingots, refroidissement au contact d'un creuset métallique « froid »), des essais de graphitisation ont été menés pour une température et deux durées pour des fontes présentant différents teneurs en silicium (élément graphitisant) et en chrome (élément carburigène).

Mots-Clefs : Fonte ; Silicium ; Chrome ; Cémentite ; Traitement de graphitisation

Abstract: The industrial cast irons do not solidify always slowly enough to avoid cementite appearance. For respecting a toughness good enough for the cast pieces, this iron carbide (Fe_3C) must be removed. At least its presence must be significantly decreased. This is usually done by applying a thermal treatment commonly called "graphitization treatment". This one is defined by its stage temperature and by its duration. Both parameters are generally set depending on the initial quantity of cementite and of the final quantity that can be accepted after treatment. Other parameters have also an influence: the chemical composition of the cast iron, which can promote either graphite formation or carbide formation. In the present work, carried out for quickly solidified irons (small ingots, solidification in contact with a metallic "cold" crucible), graphitization tests were performed for one temperature and two durations, for cast irons with different contents in silicon (graphitizing element) and in chromium (carbide-promoting element).

Keywords: Cast iron; Silicon; Chromium; Cementite; Graphitization heat treatment

Introduction

Les fontes (non alliées ou peu alliées) présentent la particularité d'opérer leurs transformations de phases dans deux systèmes métallurgiques différents [01]. Cela est plus facile à décrire dans le cas des fontes binaires Fe-C : le diagramme stable « austénite-graphite » et le diagramme métastable « austénite-cémentite ». Cette description peut s'étendre à des systèmes ternaires Fe-C-X (avec X de quelques pourcents massiques au maximum) et même d'ordre supérieur à condition que C reste l'élément d'alliage prédominant. L'élément présent dans toutes les fontes industrielles non alliées ou peu alliées est le silicium, hérité de la première fusion au haut-fourneau (réduction de la silice présente dans la gangue du minerai plus ou moins au même moment que la réduction de l'oxyde de fer). Cet élément, qui favorise la solidification et autres transformations de phase dans le système austénite-graphite, est dit « graphitisant » dans le sens qu'il promeut le graphite aux dépens de la cémentite pour tenir le rôle de la phase riche en carbone. La seconde fusion, au cubilot par exemple, qui conduit de la fonte liquide à partir de ferrailles, accueille souvent du chrome suivant la nature des ferrailles refondues (aciers inoxydables notamment). Cet élément favorise la cémentite aux dépens du graphite ; c'est un élément carburigène. La cémentite conduit à de plus grandes rigidité, dureté et résistance à l'usure pour la fonte, mais nuit à sa ténacité. Lorsque la fonte est à graphite sphéroïdal et que de la cémentite est présente, sa ductilité est plus faible ainsi que sa ténacité [02, 03].

Des traitements thermiques permettent un retour partiel ou total à l'équilibre thermodynamique pour des fontes présentant trop de cémentite [04, 05]. Ils sont appelés traitement de graphitisation. Leurs paramètres opératoires, en premier lieu la température et la durée du plateau isotherme, dépendent de l'état initial de la fonte (fraction de cémentite), de son état final souhaité (fraction de cémentite visée), de la composition chimique de la fonte, de son état d'inoculation lors de la solidification (densité volumique des particules de graphite existantes), ainsi que de la finesse de la microstructure.

Le présent travail concerne des fontes à microstructure fine suite à solidification rapide, et non inoculées préalablement à leur solidification. Ce sont les influences, sur l'avancement de la graphitisation, des teneurs en silicium et/ou chrome ainsi que la durée d'un traitement de graphitisation à 950°C qui vont être étudiées.

Détails expérimentaux

Elaboration des fontes étudiées et compositions chimiques visées

Pour cette étude six compositions ont été considérées : trois sans chrome et contenant du silicium en trois teneurs différentes, et trois avec 2,5 %pds de chrome avec trois teneurs différentes en silicium.

Ces fontes ont été élaborées à partir d'éléments purs Fe, C, Si et Cr (Alfa Aesar). Ces fontes synthétiques modèles, considérées comme tel car ne contenant aucun des éléments minoritaires et ultra-minoritaires nécessairement présents dans les fontes industrielles, sont voulues capables de permettre l'étude exclusive des effets de Si et Cr sans possible parasitage par des variations non maîtrisées des teneurs en autres éléments. Pour chaque fonte, une masse finale de 40 grammes a été visée. Le four utilisé pour fondre ces éléments ensemble était un four à

induction moyenne–haute fréquence (environ 110kHz, 4kV) à creuset segmenté en cuivre refroidi intérieurement par circulation continue d’eau. Après dépôt du mélange d’éléments purs dans le creuset, un tube de silice a été placé pour isoler la chambre de fusion de l’extérieur et pour pouvoir y créer une atmosphère inerte d’argon (300 millibars). Après fusion, maintien de quelques minutes à l’état liquide, et refroidissement/solidification, les conditions de refroidissement ont été maintenues pendant une demi–heure de façon à pouvoir ouvrir la chambre de fusion et extraire le lingot froid.

C’est ainsi qu’ont été obtenus les six lingots de composition : Fe–3,8C, Fe–3,8C–1,5Si, Fe–3,8C–3Si, Fe–3,8C–2,5Cr, Fe–3,8C–2,5Cr–1,5Si et Fe–3,8C–2,5Cr–3Si (teneurs massiques, en %pds).

Préparation des échantillons et recuits réalisés

Les lingots ont chacun été enrobés dans une résine à prise à froid pour faciliter leur découpe à la micro-tronçonneuse. Cette dernière, équipée d’un disque métallique au périmètre diamanté, a permis d’obtenir des échantillons pour examen métallographique des microstructures à l’état brut de coulée (après ré-enrobage résine, polissage d’ébauche et polissage de finition 3 µm jusqu’à état miroir), et pour les essais de recuit de graphitisation (polissage d’ébauche uniquement).

Les morceaux pour essais de recuit ont été placés dans une navette en matériau céramique réfractaire qui a ensuite été introduite dans un four tubulaire Carbolite réglé à une température de consigne correspondant à la température réelle voulue –950°C – selon la courbe d’étalonnage récemment établie avec un thermo–couple. Cette température, qui est de 200°C inférieure aux températures des paliers eutectiques binaires dans les diagrammes stable et métastable, est couramment utilisée en industrie pour des traitements de graphitisation (assez haute pour une bonne cinétique de transformation, assez basse pour ne pas suroxyder la fonte et surtout ne pas risquer de la refondre partiellement).

Après 20 minutes de refroidissement à l’air après sortie du four tubulaire, les échantillons de fonte « graphitisée » peuvent être manipulés pour être enrobés, découpés, polis jusqu’à l’état miroir.

Examen des microstructures brutes et recuites

Les échantillons « polis miroir », bruts de coulée ou recuits, ont été observés au microscope métallographique dans trois états de préparation chimique différents :

- Sans attaque préalable pour examiner confortablement les particules de graphite s’il y en a
- Après attaque au Nital pour avoir une vue générale de la microstructure
- Après attaque au réactif de Klemm pour observer spécifiquement la cémentite.

Le Nital est composé de 96% d’alcool éthylique et de 4% d’acide nitrique (HNO₃) : immersion d’une dizaine de secondes, suivi rapidement d’un rinçage à l’eau pour arrêter l’attaque, puis à l’éthanol et d’un séchage au sèche–cheveux.

Le réactif de Klemm est préparé par dissolution de métabisulfite de potassium dans une solution saturée de thiosulfate de sodium (70g/L à 20°C), et chauffé à 90°C. Précédée de l'attaque au Nital suivie de rinçage et séchage, l'immersion dans le Klemm a duré 3 minutes.

La microscopie la plus adaptée est optique. Un microscope métallographique Olympus équipé d'une caméra et du logiciel Toupview a été mis à contribution pour les observations et les prises de microphotos numériques.

Résultats et discussion

Microstructures à l'état brut des échantillons Fe-3,8C-xSi

Les microstructures des fontes Fe-3,8C-xSi à l'état brut de coulée sont illustrées par les micrographies optiques présentées dans la Figure 1.

La fonte **Fe-3,8C** est de composition hypo-eutectique. Elle présente des dendrites d'austénite (devenue perlite en refroidissant, au passage du palier eutectoïde situé vers 700°C). Elle est faite minoritairement de perlite aux contours dendritiques, et majoritairement de lédéburite.

La fonte **Fe-3,8C-1,5Si** est de composition eutectique. On n'observe pas de dendrites, ni de grosses particules de graphite, ni de gros cristaux de cémentite. Elle est composée pour moitié de ferrite et pour moitié de perlite. On note la présence de graphite eutectique fin voire très fin.

La fonte **Fe-3,8C-3Si** est de composition hypereutectique. Elle présente du graphite grossier en plus du graphite fin. Il n'y a pas de dendrites. On peut voir de grosses particules de graphite compact ou dégénéré, des plages ferrito-perlitiques (majoritairement perlite, minoritairement ferrite). Un peu de cémentite pro-eutectique semble présente.

Microstructures à l'état brut des échantillons Fe-3,8C-2,5Cr-xSi

Les microstructures à l'état brut de coulée sont illustrées par les micrographies optiques affichées dans la Figure 2.

La fonte **Fe-3,8C-2,5Cr-0Si** est de composition hypo-eutectique. Elle contient des dendrites d'austénite (devenue perlite en dessous de 700°C), et est faite minoritairement de perlite dans une morphologie dendritique, et majoritairement de lédéburite ; on peut noter la présence de rares particules de graphite grossier.

La fonte **Fe-3,8C-2,5Cr-1,5Si** est de composition hypo-eutectique. Un réseau de dendrites est bien visible ; on note aussi la présence de grosses particules de graphite de structure bizarre ? et de gros cristaux de cémentite. La fonte est faite majoritairement de lédéburite et minoritairement de perlite.

La fonte **Fe-3,8C-2,5Cr-3Si** présente de grosses particules de graphite compact ou dégénéré, beaucoup de lédéburite, un peu de perlite, et possiblement de la ferrite.

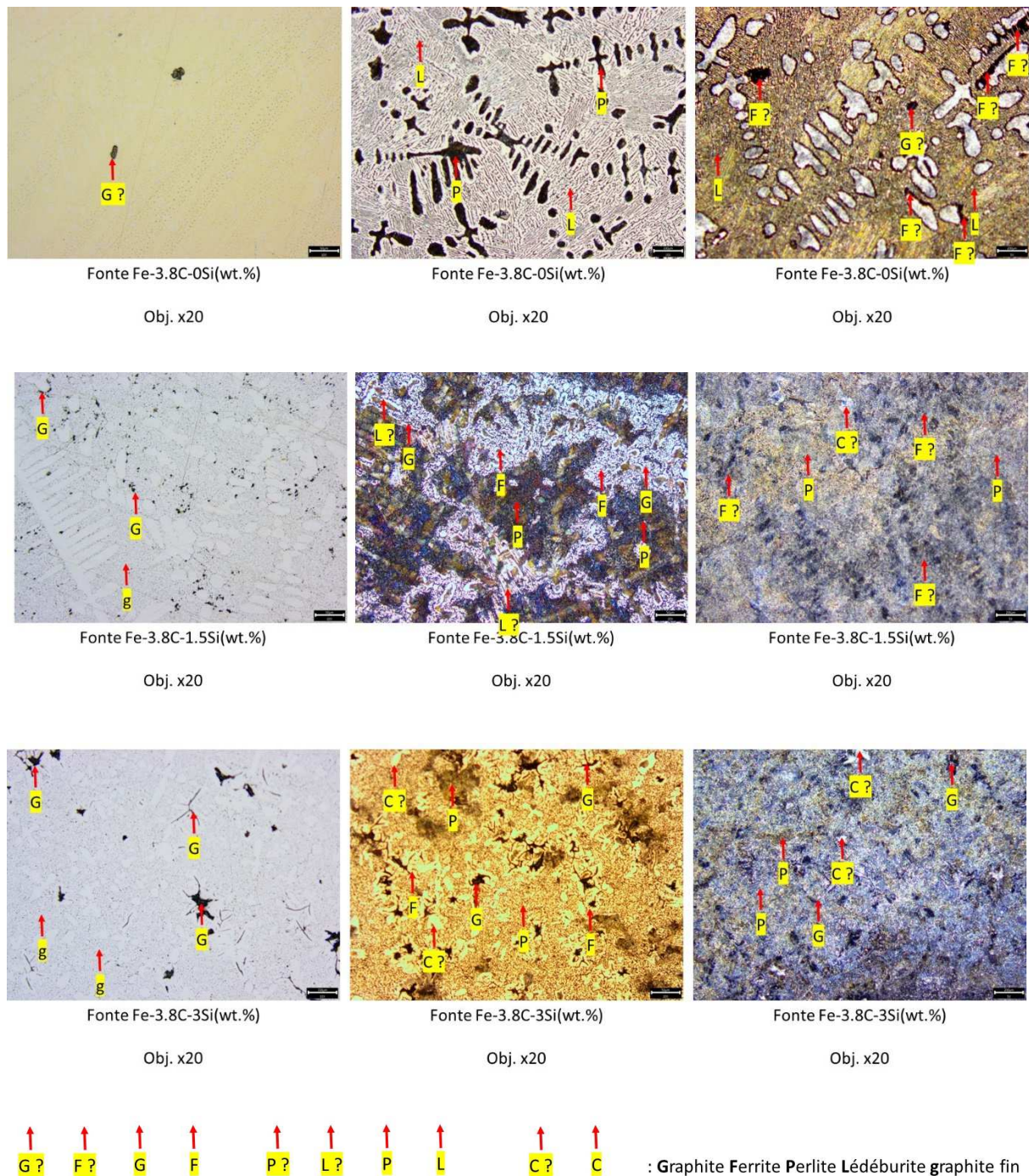


Figure 1 : microstructures à l'état brut des fontes $Fe-3,8C-xSi$ (haut : $x=0$, centre : $x=1,5$, bas : $x=3$; %pds) sans attaque (gauche), attaquées au Nital (milieu), attaquées au Nital+Klemm (droit)
 (Figure 1: the as-cast microstructures of the $Fe-3,8C-xSi$ (top: $x=0$, center: $x=1,5$, bottom: $x=3$; %pds) not etched (left), Nital-etched (middle), Nital+Klemm-etched (right))

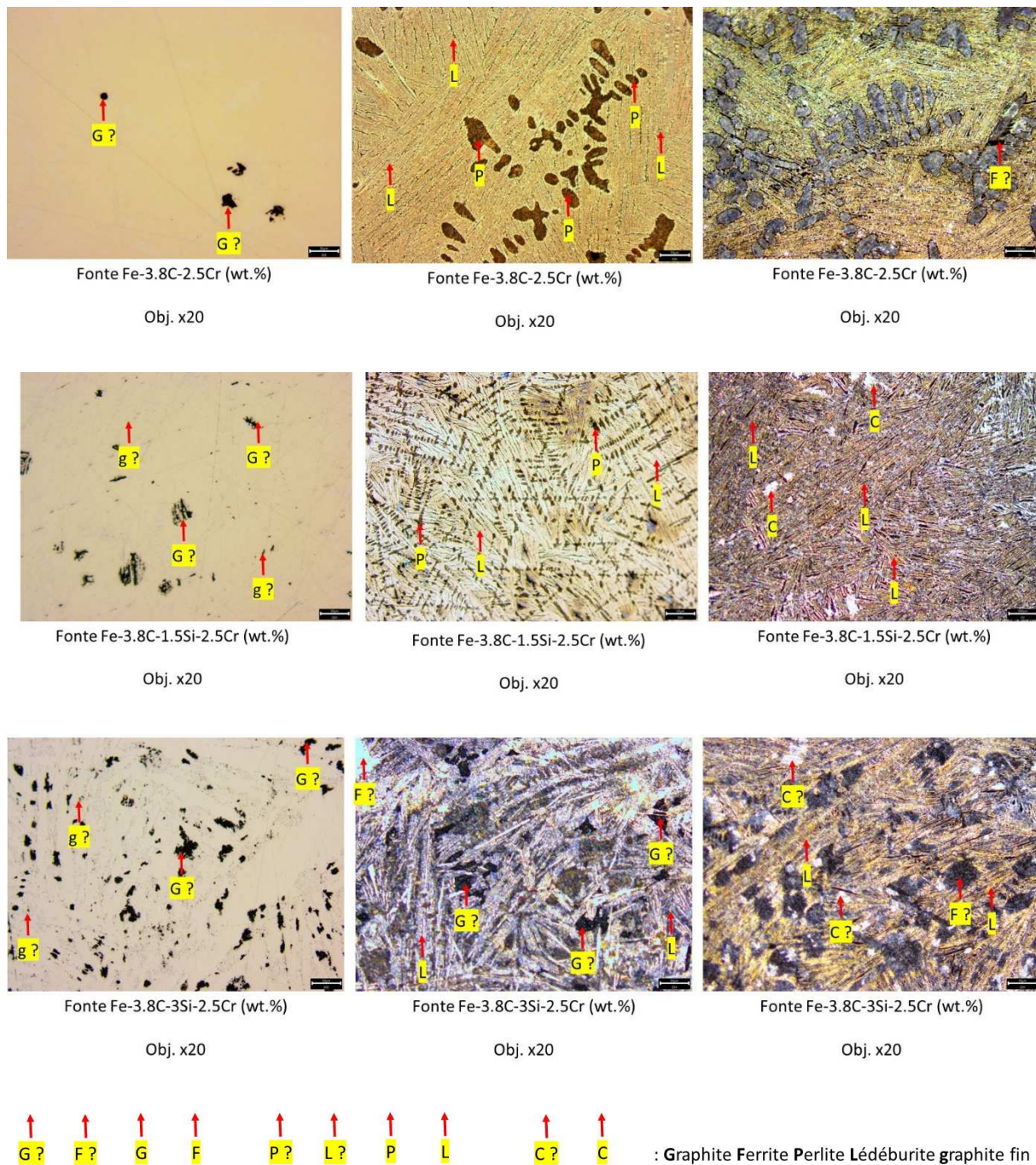


Figure 2 : microstructures à l'état brut des fontes $Fe-3,8C-2,5Cr-xSi$ (haut : $x=0$, centre : $x=1,5$, bas : $x=3$; %pds) sans attaque (gauche), attaquées au Nital (milieu), attaquées au Nital+Klemm (droit)
 (Figure 2: the as-cast microstructures of the $Fe-3.8C-2.5Cr-xSi$ (top: $x=0$, center: $x=1,5$, bottom: $x=3$; %pds) not etched (left), Nital-etched (middle), Nital+Klemm-etched (right))

Microstructures de la fonte Fe-3,8C à l'état brut (rappel), après recuit de 5 minutes à 950°C, et après recuit de 15 minutes à 950°C

La fonte binaire Fe-3,8C n'est quasiment pas affectée par le recuit de graphitisation, quelque en soit la durée (Figure 3). L'absence de silicium semble avoir beaucoup ralenti la cinétique de graphitisation de la cémentite ici très présente à l'état brut de coulée.

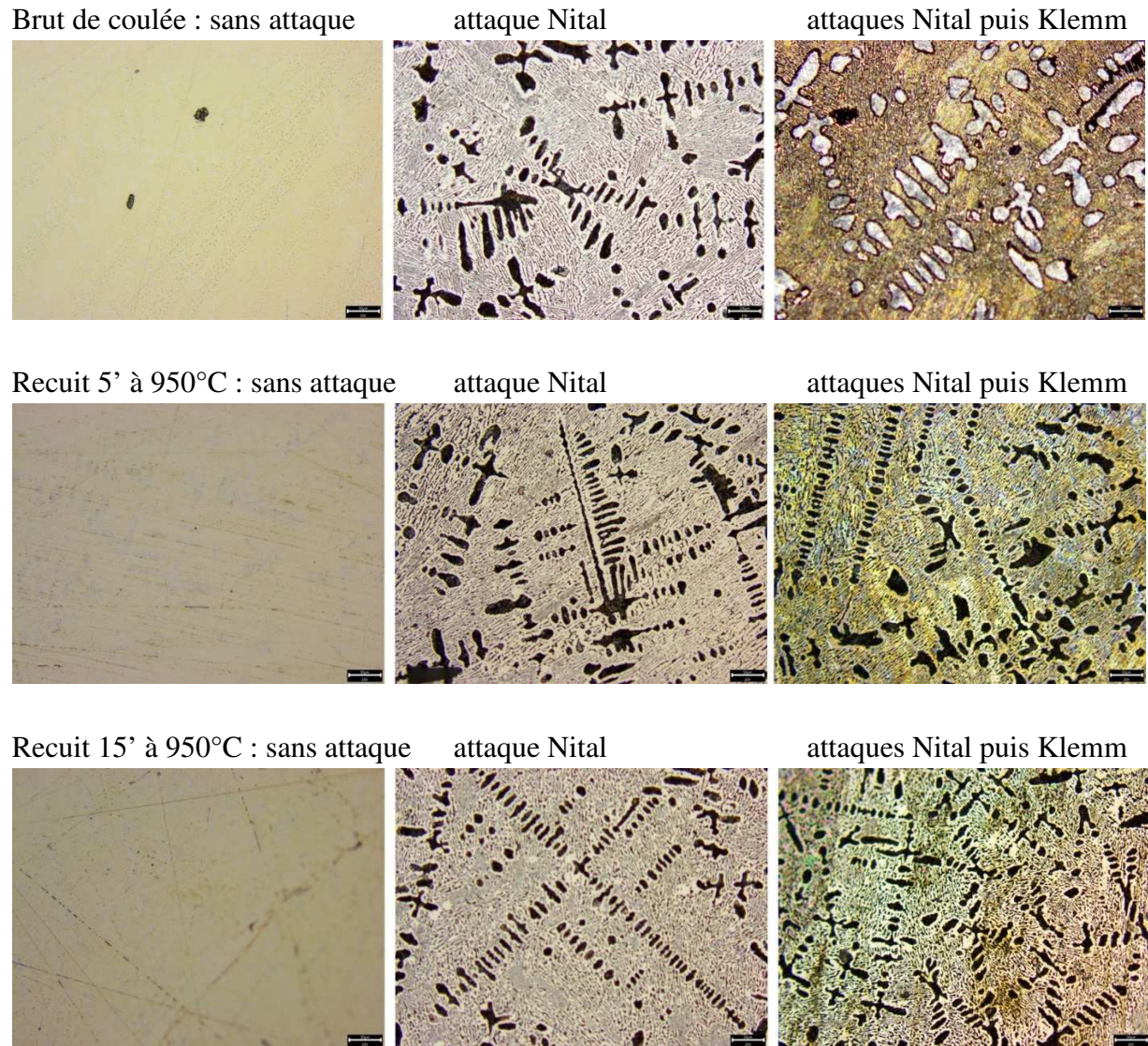


Figure 3 : microstructures de la fonte Fe-3,8C à l'état brut (haut), après recuit de 5 minutes à 950°C (centre), et après recuit de 15 minutes à 950°C (bas) ; sans attaque (gauche), après attaque Nital (milieu), après attaque Nital+Klemm (droit)

(Figure 3: microstructures of the Fe-3.8C cast iron (top: as-cast, center: 5 minutes at 950°C, bottom: 15 minutes at 950°C); not etched (left), Nital-etched (center), Nital+Klemm-etched (right))

Microstructures de la fonte Fe-3,8C-1,5Si à l'état brut (rappel), après recuit de 5 minutes à 950°C, et après recuit de 15 minutes à 950°C

La fonte Fe-3,8C-1,5Si possède à l'origine (brut de coulée) plus de graphite et de perlite que la précédente (et beaucoup moins de lédéburite et cémentite). Le recuit a permis une croissance du graphite, signe de la décomposition d'une cémentite pourtant pas très visible à l'état brut de coulée (Figure 4).

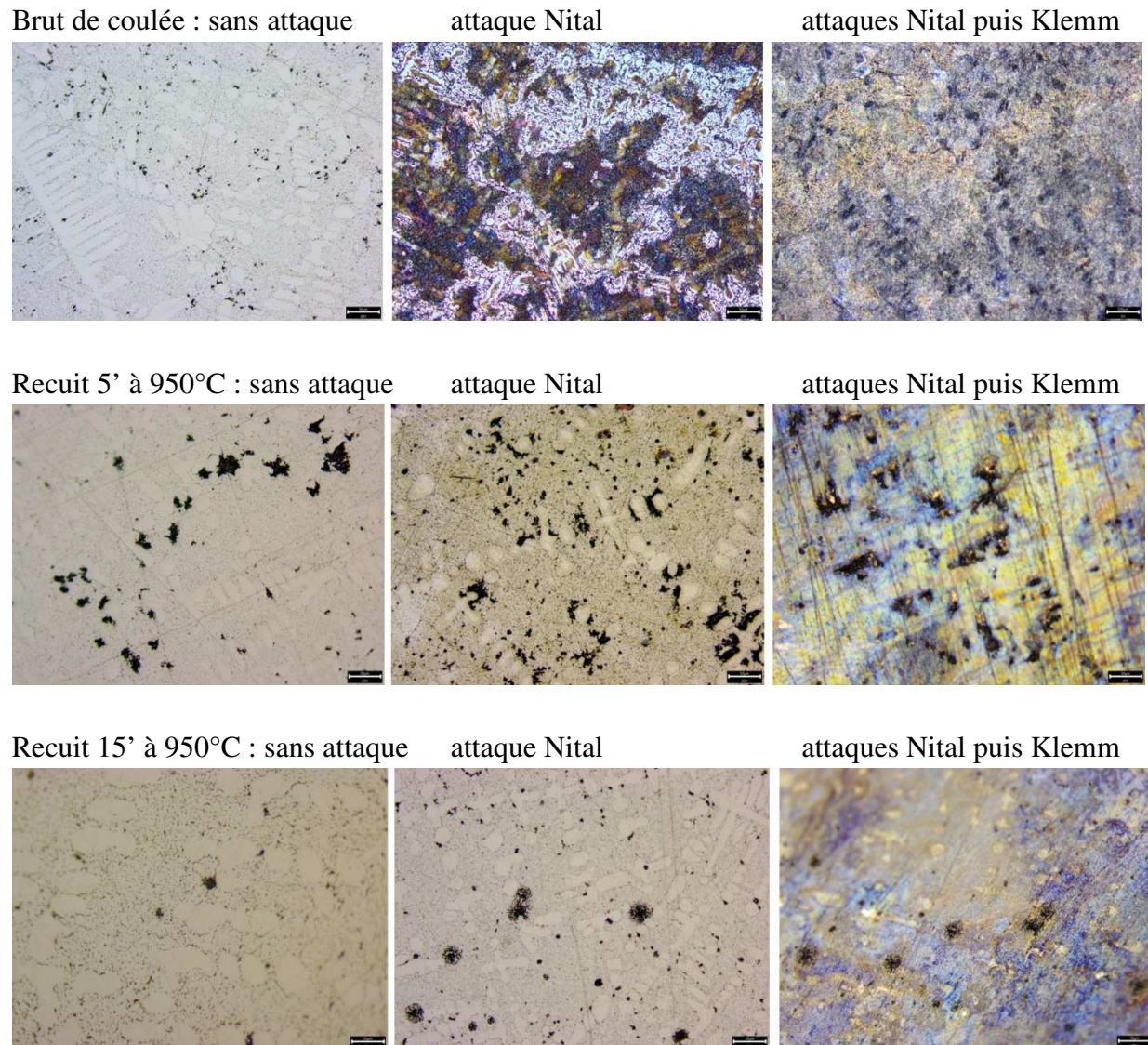


Figure 4 : microstructures de la fonte Fe-3,8C-1,5Si à l'état brut (haut), après recuit de 5 minutes à 950°C (centre), et après recuit de 15 minutes à 950°C (bas) ; sans attaque (gauche), après attaque Nital (milieu), après attaque Nital+Klemm (droit)

(Figure 4: microstructures of the Fe-3.8C-1.5Si cast iron (top: as-cast, center: 5 minutes at 950°C, bottom: 15 minutes at 950°C); not etched (left), Nital-etched (center), Nital+Klemm-etched (right))

Microstructures de la fonte Fe-3,8C-3Si à l'état brut (rappel), après recuit de 5 minutes à 950°C, et après recuit de 15 minutes à 950°C

La fonte Fe-3,8C-3Si présente, à l'origine (brut de coulée) comme après les recuits, plus de graphite les précédentes (Figure 5). Manifestement il n'y avait pas de cémentite à décomposer.

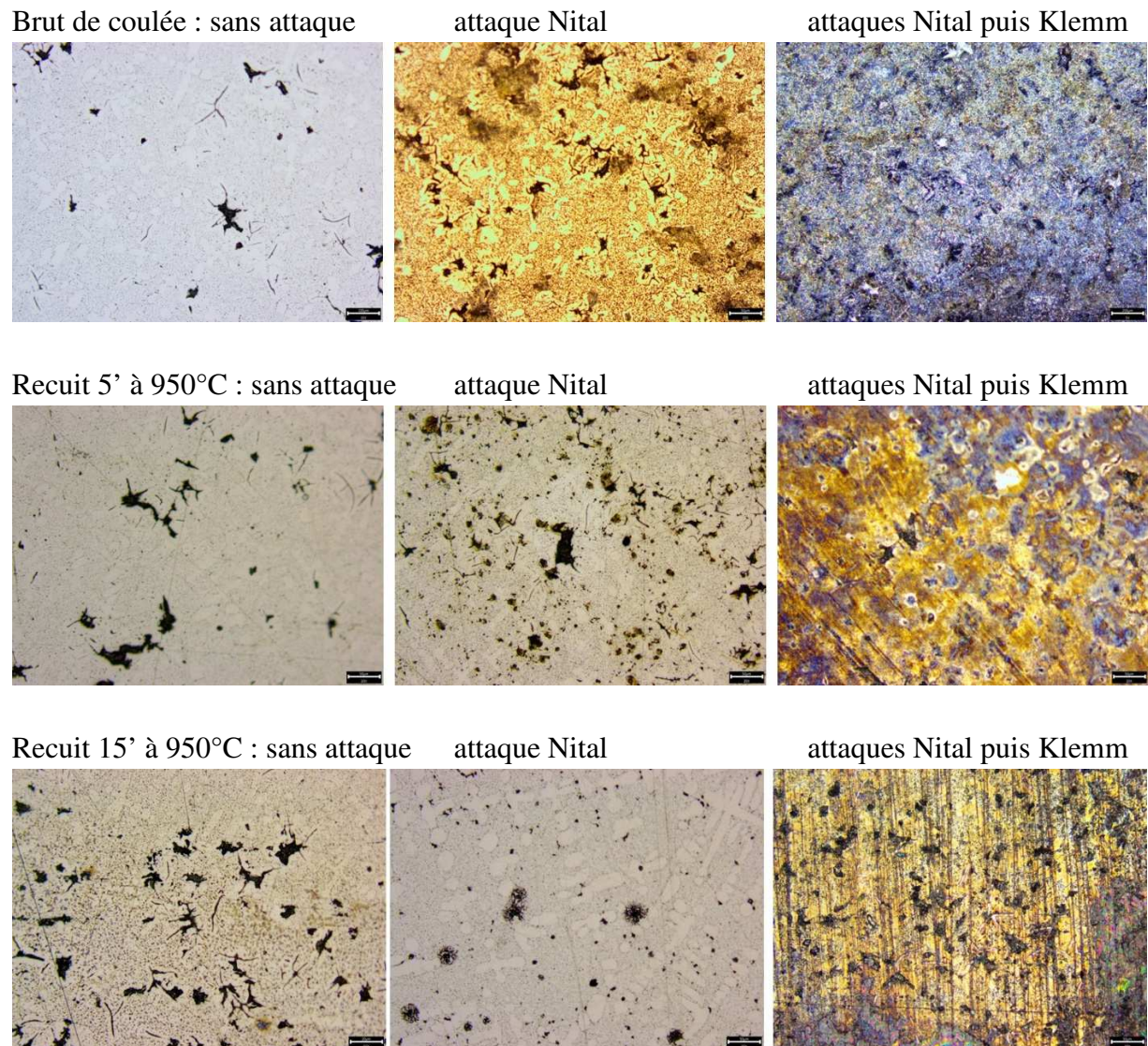


Figure 5 : microstructures de la fonte Fe-3,8C-3Si à l'état brut (haut), après recuit de 5 minutes à 950°C (centre), et après recuit de 15 minutes à 950°C (bas) ; sans attaque (gauche), après attaque Nital (milieu), après attaque Nital+Klemm (droit)

(Figure 5: microstructures of the Fe-3.8C-3Si cast iron (top: as-cast, center: 5 minutes at 950°C, bottom: 15 minutes at 950°C); not etched (left), Nital-etched (center), Nital+Klemm-etched (right))

Microstructures de la fonte Fe–3,8C–2,5Cr à l'état brut (rappel), après recuit de 5 minutes à 950°C, et après recuit de 15 minutes à 950°C

La fonte Fe–3,8C–2,5Cr est riche en lédéburite et cémentite (Figure 6). Sa composition très carburigène n'a pas permis aux recuits d'affecter ces composé et phase de façon visible.

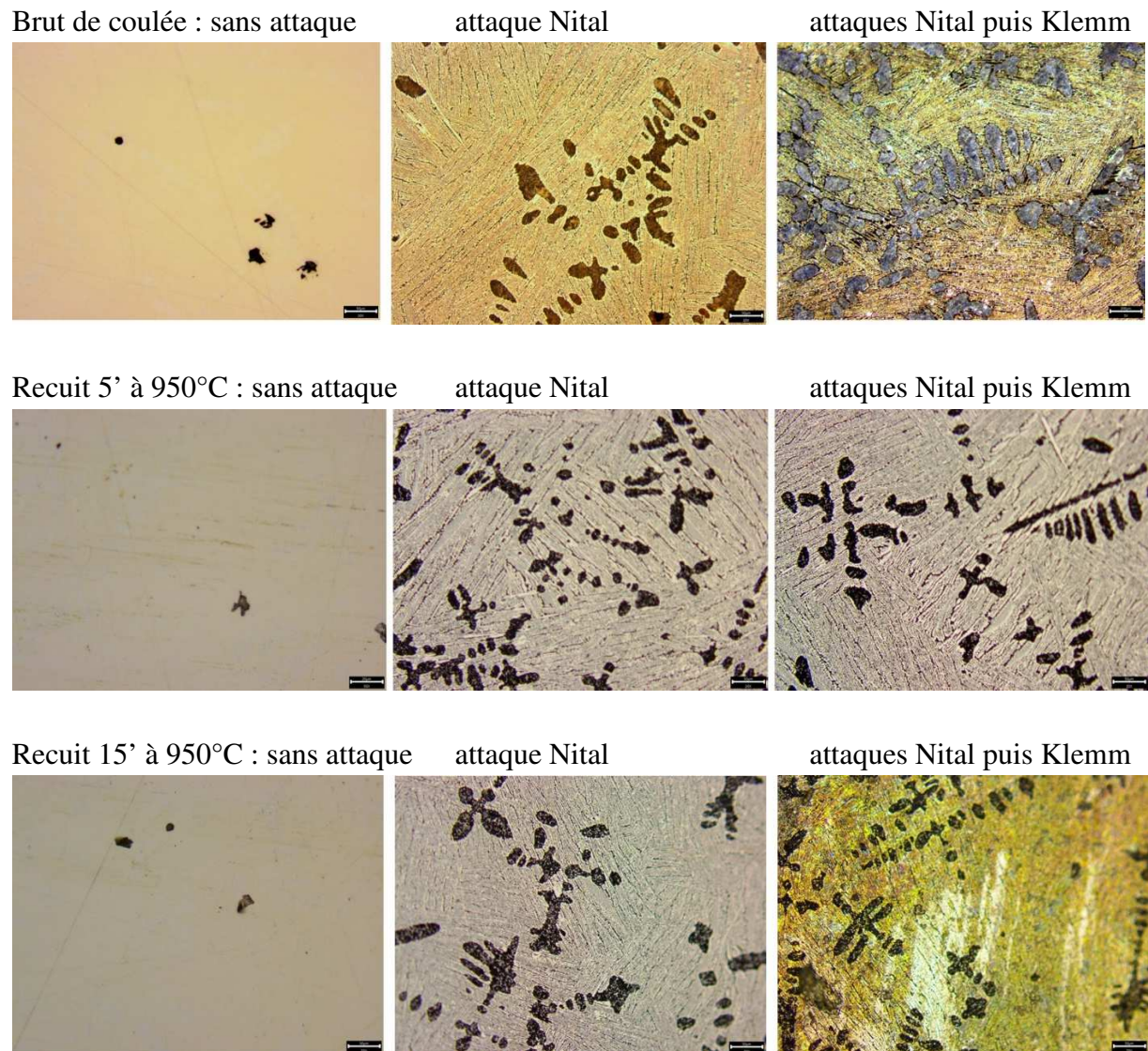


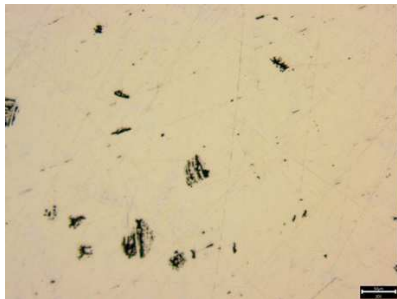
Figure 6 : microstructures de la fonte Fe–3,8C–2,5Cr à l'état brut (haut), après recuit de 5 minutes à 950°C (centre), et après recuit de 15 minutes à 950°C (bas) ; sans attaque (gauche), après attaque Nital (milieu), après attaque Nital+Klemm (droit)

(Figure 6: microstructures of the Fe–3.8C–2.5Cr cast iron (top: as-cast, center: 5 minutes at 950°C, bottom: 15 minutes at 950°C); not etched (left), Nital-etched (center), Nital+Klemm-etched (right))

Microstructures de la fonte Fe-3,8C-2,5Cr-1,5Si à l'état brut (rappel), après recuit de 5 minutes à 950°C, et après recuit de 15 minutes à 950°C

La fonte Fe-3,8C-2,5Cr-1,5Si est riche en lédéburite et cémentite mais contient aussi un petit peu de graphite (Figure 7). La légère croissance de ce dernier après recuit montre que les 1,5 %pds de silicium a un peu déstabilisé lédéburite et cémentite, reflétant ainsi un petit effet des recuits.

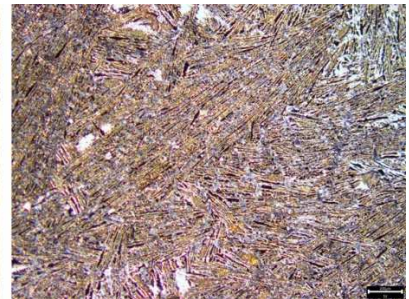
Brut de coulée : sans attaque



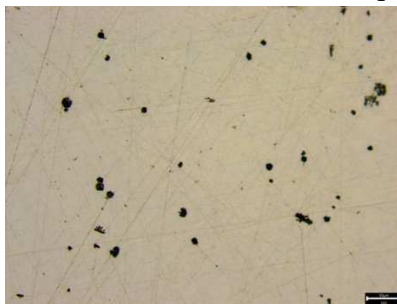
attaque Nital



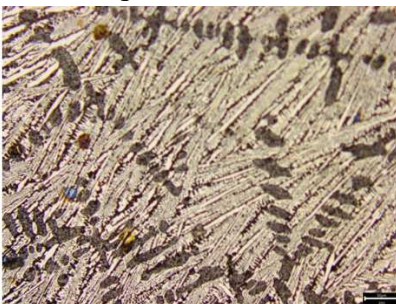
attaques Nital puis Klemm



Recuit 5' à 950°C : sans attaque



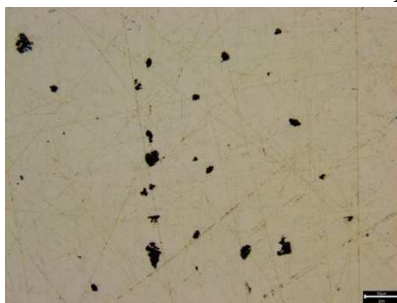
attaque Nital



attaques Nital puis Klemm



Recuit 15' à 950°C : sans attaque



attaque Nital



attaques Nital puis Klemm

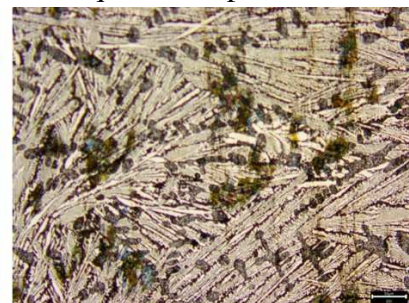


Figure 7 : microstructures de la fonte Fe-3,8C-2,5Cr-1,5Si à l'état brut (haut), après recuit de 5 minutes à 950°C (centre), et après recuit de 15 minutes à 950°C (bas) ; sans attaque (gauche), après attaque Nital (milieu), après attaque Nital+Klemm (droit)

(Figure 7: microstructures of the Fe-3.8C-2.5Cr-1.5Si cast iron (top: as-cast, center: 5 minutes at 950°C, bottom: 15 minutes at 950°C); not etched (left), Nital-etched (center), Nital+Klemm-etched (right))

Microstructures de la fonte Fe-3,8C-2,5Cr-3Si à l'état brut (rappel), après recuit de 5 minutes à 950°C, et après recuit de 15 minutes à 950°C

La fonte Fe-3,8C-2,5Cr-3Si contient encore plus de graphite, mais toujours aux côtés de beaucoup de lédéburite et cémentite (Figure 8). Les recuits ont semble-t-il eu un effet sur la déstabilisation de la cémentite, mis en évidence par l'environnement désormais perlitique de particules de graphite.

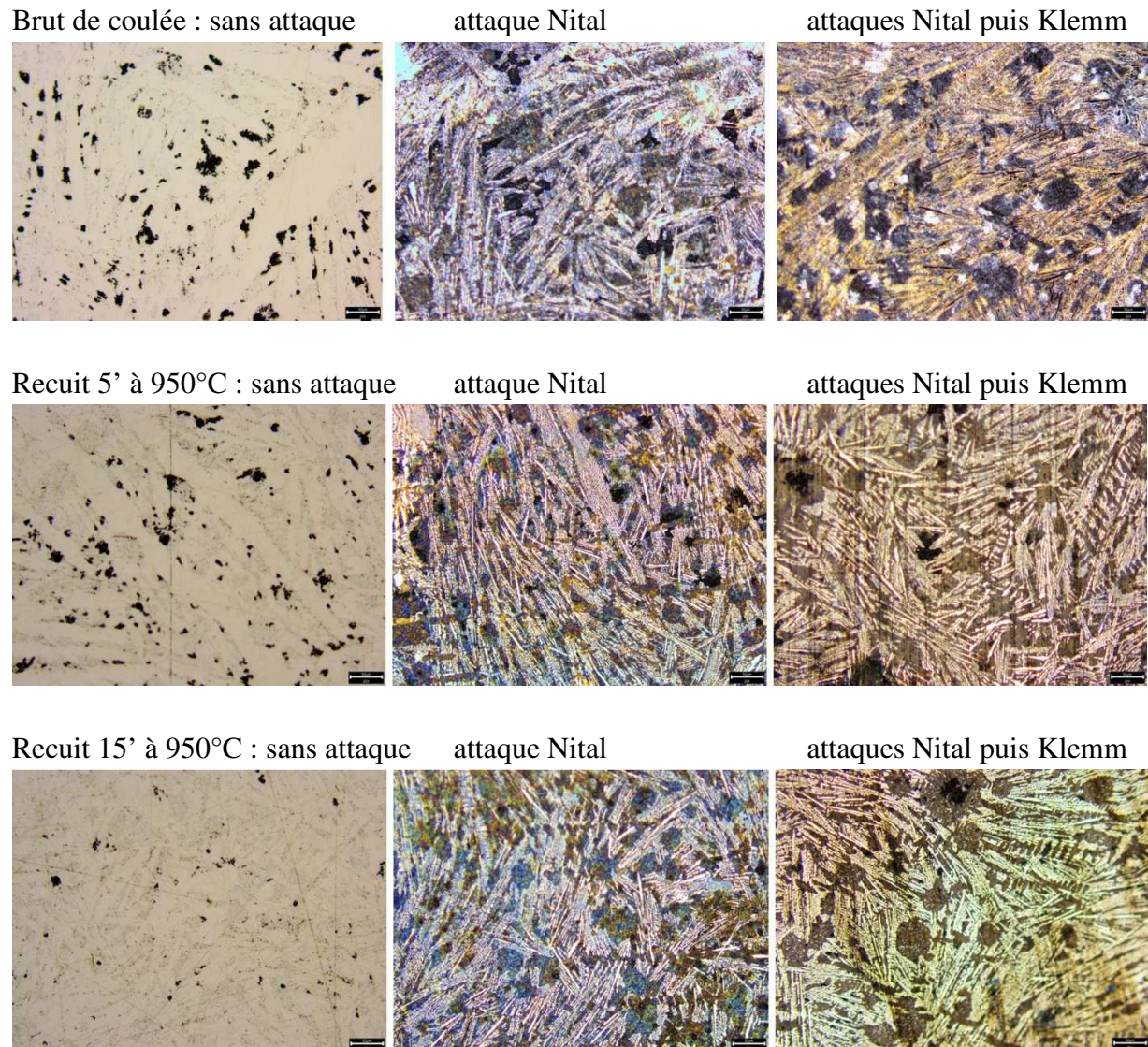


Figure 8 : microstructures de la fonte Fe-3,8C-2,5Cr-3Si à l'état brut (haut), après recuit de 5 minutes à 950°C (centre), et après recuit de 15 minutes à 950°C (bas) ; sans attaque (gauche), après attaque Nital (milieu), après attaque Nital+Klemm (droit)

(Figure 8: microstructures of the Fe-3.8C-2.5Cr-3Si cast iron (top: as-cast, center: 5 minutes at 950°C, bottom: 15 minutes at 950°C); not etched (left), Nital-etched (center), Nital+Klemm-etched (right))

Conclusion

La forte vitesse de solidification causée par l'élaboration en creuset froid a donc conduit à des structures « blanches » (riches en composé eutectique lédéburitique, fait pour moitié de cémentite), mais seulement en l'absence de silicium ou en présence de 2,5 %pds de chrome. En l'absence de chrome, 1,5 %pds Si a permis d'éviter la formation de beaucoup de cémentite et de permettre à un peu de graphite d'apparaître. Si bien que les recuits à 950°C utiles mais insuffisamment longs pour la fonte Fe–C binaire ont été sans objet pour les fontes ternaires Fe–C–Si. Ces recuits ont été plus efficaces sur les fontes à 2,5 %pds Cr, surtout en présence de Si et des particules graphitiques pré-existantes, mais beaucoup de cémentite étant encore présente. Il est clair que la grande rapidité de la solidification associée au fait qu'elle s'est faite au contact du creuset de cuivre refroidi à l'eau, a conduit, en l'absence de Si ou en présence de Cr avec ou sans Si, à beaucoup trop de cémentite à l'état brut. Conséquemment, les 5 et même 15 minutes de recuit à 950°C n'ont pas permis de réduire significativement la population des carbures Fe₃C. Rallonger sensiblement ces durées (et augmenter la température du palier de graphitisation) apparaît comme nécessaire pour améliorer la ténacité et la ductilité de ces fontes à structure fine. Pour finir, rappelons quand même que ces fontes de laboratoire n'ont pas été inoculées et manquent de germes pour le graphite à la solidification comme pour la graphitisation.

Bibliographie

- [01] Stefanescu, Doru M. Classification and basic metallurgy of cast iron. ASM Handbook, volume 1: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. Chapter: Classification and basic metallurgy of cast iron (1990) ASM International.
- [02] Basavaraj, Sondar; Pavankumar R.; Hegde, Subray R. Effect of spheroidization of cementite in ductile cast iron. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials (2021), 28(3), 404-411
- [03] Ivanova, N. G.; Moskalva, N. A.; Dvoskin, S. M.; Tsykina, S. M.; Kuzovlev, A. B. Impact toughness of cast iron centrifugal pipes. Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov (1971), (11), 44-46
- [04] Chang, Sam Kyu; Kim, Dong Gyu; Choi, Jin Won. Effects of alloying elements and austenite destabilization heat treatment on graphitization of high-chromium cast iron. ISIJ International (1992), 32(11), 1163-1169
- [05] Medynski, D.; Janus, A.; Zaborski, S. Effect of heat-treatment parameters of cast iron GJS-X350NiMnCu7-3-2 on its structure and mechanical properties. Archives of Foundry Engineering (2017), 17(1), 121-126