

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

**UNIVERSITE BLIDA 1
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE**



Projet de Fin d'Etudes

Pour l'obtention du diplôme :
Master en Génie Mécanique
Option : MTS

Thème :

CARACTERISATION DES COUCHES DE DIFFUSION D'UN ACIER INOXYDABLE 17-7PH (CEMENTATION ET NITRURATION)

**Proposé et dirigé par :
Dr A.BRAHIMI**

**présenté par :
BEHLOULI HAMZA**

**Co-Dirigé par :
A.HADDAD**

ANNEE UNIVERSITAIRE 2013/2014

Remerciements

Ce travail a été réalisé au niveau de laboratoire SDM de département de génie mécanique, de l'université de Blida 1. Je tiens à remercier la responsable du laboratoire Mm Bouaafia de sa disponibilité et son aide précieuse pour la réalisation de ce travail. Merci encore une fois.

Je tiens avant tout à exprimer ma reconnaissance la plus chaleureuse à mon Co- promoteur Monsieur A.Haddad, qui a su me soutenir dans les problèmes rencontrés et les difficultés que l'on trouve à l'orientation d'un tel travail. Qu'il trouve en ces quelques lignes l'assurance de mon profond respect et de mes sentiments de gratitude.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude et reconnaissance à mon promoteur Monsieur le Dr A.Brahimi de m'avoir proposé ce sujet et consenti tant d'efforts et de temps pour diriger ce travail de si près et de m'initier à la recherche.

J'exprime ma gratitude à Pr Hadji, qui ont accepté de consacrer leur temps pour nous fournir l'acier inoxydables 17-7 Ph.

Mes remerciements, et ma grande gratitude s'adressent particulièrement à Dr A.Abderrhmen et Mr A.Ettouahria, Nacer Dilmî

Je tiens à exprimer mes remerciements à Benzohra Oussama, Benchamma Mohamed Yacine, Chiker Nabil, Cheboukhi Abdellah, Benachour Mohamed, Satour Youcef, Sahar Ebrahim, pour leurs encouragements et leur sympathie.

Je remercie tous les membres de jury de cette thèse. Je le prie de trouver ici l'expression de mes plus sincères remerciements.

Mes vifs remerciements vont également à ma famille, mes chers parents pour leurs soutiens, compréhension et patience tout au long de mon cursus.

Enfin, que toutes les personnes qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail trouvent ici ma profonde reconnaissance.

Behlouli Hamza

Dédicace

Je dédie ce travail

À mes chers parents

À mes chers frères

À ma belle famille

À tous mes amis

À mes oncles, mes tantes et leurs familles

À toutes la promotion de master 2 MTS

À tous ceux qui me sont chers

RESUME

Ce travail est consacré à la caractérisation microstructurale de l'acier de nuance 17-7 ph. Appartenant à la famille d'aciers inoxydable à durcissement par précipitation semi austénitique, qui est fréquemment utilisé dans la construction aéronautique.

L'application des traitements de surfaces par les différentes techniques comme : durcissement structurale, nitruration, cémentation ...etc. permet de concrétiser un apport considérable sur les propriétés de résistance à l'usure, au frottement et l'augmentation de la durée de vie des pièces mécaniques.

L'acier utiliser dans cette étude 17-7 ph, a subit des traitements thermique (mise en solution + durcissement) et thermochimique (nitruration + cémentation).

Le durcissement contribue à créer des précipite sous la forme des particules d'aluminium de seconde phase. Ce qui gêne le mouvement de la dislocation par des obstacles puissants (précipités), Ce qui permet d'obtenir une augmentation de la dureté.

Nitruration et cémentation sont des procédés de traitements thermochimiques des surfaces métalliques qui permettent d'améliorer considérablement leurs propriétés tribologiques (résistance à l'usure, frottement, limitation du grippage, ...). Les traitements conduisent à un durcissement par formation d'une couche superficielle de carbures ou nitrures.

Les pièces traités a été caractérisé par la microscopie optique, et l'essai de dureté Vickers, et l'essai de microdureté Vickers, et l'essai d'usure.

Cette étude comparer les résultats expérimentaux concernant aussi bien les comportements microscopiques.

Mots clés : aciers inoxydable, durcissement, précipitation, mise en solution, nitruration, cémentation, dureté, l'usure, microscopie optique, microdureté Vickers.

Sommaire

Introduction général	1
-----------------------------------	---

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1 CLASSIFICATION DES ACIERS	2
--	---

I.1.1 Aciers de construction.....	2
-----------------------------------	---

I.1.2 Aciers d'amélioration.....	2
----------------------------------	---

I.1.3 Aciers de nitruration.....	3
----------------------------------	---

I.1.4 Aciers à haute résistance.....	3
--------------------------------------	---

I.1.5 Aciers à haute tenue à l'usure	4
--	---

I.1.5.1 Aciers austénitiques au manganèse	4
---	---

I.1.5.2 Aciers martensitiques au chrome.....	5
--	---

I.1.6 Aciers résistant à chaud.....	5
-------------------------------------	---

I.1.7 Aciers à outils.....	6
----------------------------	---

I. 2 Généralités sur les aciers inoxydables	7
--	---

I.2.1 Introduction.....	7
-------------------------	---

I.2.2 Historique des aciers inoxydables	8
---	---

I.2.3. Propriétés et applications.....	8
--	---

I.2.3.1 Propriétés de mise en forme	9
---	---

I.2.3.2 Propriétés physiques.....	9
-----------------------------------	---

I.2.3.3 Propriétés mécaniques.....	9
------------------------------------	---

I.2.3.4. Propriété électrique	9
-------------------------------------	---

I.2.3.5. Propriétés magnétiques.....	10
--------------------------------------	----

I.2.4. Composition et structure des aciers inoxydables.....	10
I.2.5. Fabrication des aciers inoxydables.....	10
I.2.6. Les diagrammes de phases.....	11
I.2.6.1. Phases de référence.....	11
I.2.6.2. Diagramme Fe-Cr	12
I.2.6.3. Le système Fe-Cr-Ni.....	14
I.2.6.3.1. Diagramme Fe-Ni	14
I.2.6.3.2. Diagramme Fe-Cr-Ni.....	15
I.2.7. Influence des éléments d'addition.....	16
I.2.7.1. Les éléments alphagènes	17
I.2.7.2. Les éléments gammagènes	18
I.3 Classification des aciers inoxydables.....	19
I.3.1 Introduction.....	19
I.3.2 Aciers inoxydables ferritiques.....	21
I.3.3 Les aciers inoxydables martensitiques	21
I.3.4 Les aciers inoxydables austénitiques	22
I.3.5 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques	22
I.3.6 Aciers inoxydables à durcissement par précipitation.....	23
I.3.6.1 Introduction.....	23
I.3.6.2. Classe des aciers inoxydables durcis par précipitation.....	23
I.3.6.3. Propriétés des aciers inoxydables à durcissement par précipitation.....	26
I.3.6.4. Microstructure des aciers inoxydables durci par précipitation.....	27

I.4 Les traitements thermiques	28
I.4.1 Introduction.....	28
I.4.2 définition.....	28
I.4.3 Les principales étapes dans les traitements thermiques.....	30
I.4.3.1 Chauffage des pièces.....	30
I.4.3.2 Conditions de chauffage des pièces en traitements thermiques.....	30
I.4.4 Notions sur les traitements thermiques.....	30
I.4.5 La Trempe.....	31
I.3.5.1 Cycle thermique de la trempe.....	31
I.3.5.2 Facteurs de trempe.....	32
I.4.6 Le Revenu.....	32
I.3.6.1 Définition.....	32
I.4.7 Le Recuit.....	33
I.4.7.1 Définition et rôles du recuit.....	33
I.4.7.2 Effets du recuit.....	33
I.4.7.3 Les différents genres de recuits.....	33
I.4.8 Traitements Thermiques des Aciers semi-austénitiques.....	35
I.4.8.1 Aciers semi-austénitiques ou à transformation martensitique indirecte.....	35
I.5 Traitements thermochimiques	36
I.5.1 Généralités.....	36
I.5.2 Cémentation.....	37
1.5.2.a) Cémentation en caisse.....	38
1.5.2.b) Cémentation liquide.....	39

1.5.2.c) Cémentation gazeuse.....	39
I.5.3 La nitruration.....	39
I.5.3.1 Principe.....	40
I.5.3.2 Applications.....	40
I.5.3.3 Techniques de nitruration.....	40
I.5.3.3.a Nitruration liquide.....	41
I.5.3.3.b Nitruration ionique.....	41
I.5.3.3.c Nitruration solide (en caisse).....	41
I.5.3.4 Diagrammes d'équilibre.....	42
I.5.3.5 Diagramme binaire fer-azote.....	42
I.5.3.6 Avantage.....	44
I.5.3.7 Inconvénients.....	44
I.5.4 La carbonituration.....	44
I.5.5 Boruration.....	44
I.5.5.1 Techniques de Boruration.....	45
I.5.5.1.a) Boruration en milieu gazeux.....	45
I.5.5.1.b) Boruration en milieu liquide.....	46
I.5.5.1.c) Boruration en milieu solide.....	46

CHAPITRE II : PARTIE EXPERIMENTALE

II.1 Introduction.....	47
II.2 Matériau utilisé.....	47
II.2.1 Composition chimique.....	47
II.2.2 Applications.....	48

II.3 Préparation des échantillons et de creuset.....	48
II.3.1 Découpage.....	48
II.3.2 Fabrication du creuset.....	49
II.4 Traitement thermique.....	50
II.4.1 Traitement de mise en solution.....	50
II.4.2 Traitement de durcissement.....	50
II.5 Traitements thermochimique de nitruration et de cémentation.....	51
II.5.1 Principe de la technique des poudres.....	51
II.5.2 Traitements de nitruration.....	52
II.5.3 Traitements de cémentation.....	54
II.5.3.1 La trempe.....	57
II.5.3.2 Le revenu.....	58
II.6 Préparation métallographiques.....	59
II.6.1 L`enrobage.....	59
II.6.2 Le polissage.....	60
II.7 Attaque chimique.....	61
II.8 Microscopie optique.....	61
II.9 Essai de microdureté.....	62
II.10 Essai de dureté.....	63
II.11 Essais d'usure	64

Chapitre III : INTERPRETATION DES RESULTAS

III.1 Introduction.....	66
III.2 Analyse métallographique.....	66

III.2.1 Microstructure a l'état brut.....	66
III.2.2 Microstructure de nitruration.....	67
III.2.2.1 La formation des phases nitrurée.....	69
III.2.3 Microstructure de cémentation.....	70
III.2.3.1 La formation des phases cémentées.....	71
III.3 Les résultats dureté du traitement thermique.....	72
III.4 L'analyse de la micro dureté.....	73
III.5 Résultats resistance a l'usure.....	75
III.5.1 Paramètres tribologiques.....	75
Conclusion générale.....	77

Liste des figures

Chapitre I

Chapitre I- Synthèse bibliographique

Figure I.2.1 Variétés allotropiques du fer pur [5].....	11
Figure I.2.2 Transformations allotropiques du fer pur au refroidissement [14].....	12
Figure I.2.3 Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [6].....	13
Figure I.2.4 Diagramme d'équilibre fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C [6].....	14
Figure I.2.5 Diagramme Fe-Ni [7].....	15
Figure I.2.6 Coupes de diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni [6].....	16
Figure I.2.7 Diagramme Fer-Chrome – Influence de l'addition d'éléments gammagènes [5].....	16
Figure I.3.1 Familles aciers inoxydables.....	20
Figure I.3.2 L'effet de la teneur en alliage de la température de transformation de l'acier inoxydable à durcissement par précipitation.....	24
Figure I.4.1 mode opératoire d'un traitement thermique [15].....	29
Figure I.4.2 les différents cycles thermiques du recuit [14].....	34
Figure I.4.3 Traitements Thermiques standards de l'acier 17-7 Ph. [22].....	36
Figure I.5.1 Les étapes principales d'un traitement thermochimique de diffusion.....	37
Figure I.5.2 Changement ayant lieu lors des traitements à haute température.....	38
Figure I.5.3 Diagramme binaire fer-azote [19].....	43

CHAPITRE II

II- Matériaux et Techniques expérimentales

Figure II.1 Guillotine.....	48
Figure II.2 l'échantillon utilisé dans notre étude set leurs dimensions.....	49
Figure II.3 Le creuset Le creuset utilisé pour les traitements thermochimiques.....	49
Figure II.4 Four électrique, modèle « NABERTHERM ».....	50
Figure II.5 Principe d'un traitement thermochimique solide (poudre).....	51
Figure II.6 La poudre de bore-azote solide utilisée pour la nitruration.....	52
Figure II.7 Echantillon brute.....	52
Figure II.8 creuset avec une couche d'argile avant de traitement de la nitruration.....	53
Figure II.09 creuset après le traitement de nitruration.....	53
Figure II.10 La pièce nitrurée.....	53
Figure II.11 ciment utilisée pour la cémentation.....	54
Figure II.12 creuset avec une couche d'argile avant de traitement de la cémentation.....	54
Figure II.13 creuset dans le four au cours de traitement de la cémentation.....	55
Figure II.14 Température de traitement de cémentation.....	55
Figure II.15 Four après 8h de traitement de cémentation.....	55
Figure II.16 creuset ouverte après le traitement de cémentation.....	56
Figure II.17 Pièces et la poudre obtenus après le traitement de cémentation.....	56
Figure II.18 La pièce cimentée.....	57
Figure II.19 les pièces dans le four au cours de traitement thermique de la trempe.....	57
Figure II.20 La pièce trempée.....	57
Figure II.21 Température de traitement de revenu.....	58

Figure II.22 pièces au cours de traitement thermique de revenu.....	59
Figure II.23 La pièce obtenue après le traitement de revenu.....	59
Figure II.24 Enrobeuse.....	60
Figure II.25 Échantillon enrobé.....	60
Figure II.26 Polisseuse de finition.....	60
Figure II.27 Polisseuse.....	60
Figure II.28 Microscope optique de type « NIKON éclipse ».....	61
Figure II.29 Pénétrateur utilisé lors de l'essai de microdureté Vickers et la vue de dessus.....	62
Figure II.30 Microduromètre.....	63
Figure III.31 l'empreinte de dureté.....	63
Figure III.32 Machine de mesure de la dureté.....	64
Figure II.33 Pion sur disque.....	65
Figure II.34 Balance de précision utilisée dans le test d'usure.....	65

Chapitre III

III- Résultats et interprétation

Figure III.1 Microstructure de l'acier inoxydable 17-7 brut (X1000).....	66
Figure III.2 Microstructure de l'acier inoxydable 17-7 brut (X1500).....	67
Figure III.3 Micrographie de la couche de l'échantillon nitruré (X200).....	68
Figure III.4 Micrographie des phases de la couche superficielle de l'échantillon nitruré (X200) (Fe_2N , Fe_3N).....	69
Figure III.5 Micrographie de l'échantillon cémenté (X200).....	70

Figure III.6 Micrographie des phases de la couche superficielle cémentée.....	71
Figure III.7 Histogramme montre les résultats dureté des différents types traitements.....	72
Figure III.8 Profile de la micro dureté de la pièce nitruré.....	73
Figure III.9 Profile de la micro dureté de la pièce cémenté.....	74
Figure III.10 Histogramme montre les résultats d'essais d'usure.....	76

Liste des tableaux

Tableau I.1.1 les caractéristiques mécaniques des aciers à haute résistance [4].....	04
Tableau I.1.2 les caractéristiques mécaniques Aciers austénitiques au manganèse [4].....	05
Tableau I .3.1 les aciers inoxydable à durcissement par précipitation martensitique.....	24
Tableau I .3.2 les aciers inoxydable à durcissement par précipitation semi-austénitiques.....	25
Tableau I.3.4 Caractéristique mécanique de 17-7ph.....	26
Tableau I.3.5 Caractéristiques physiques de 17-7ph.....	26
Tableau I.3.6 Caractéristiques thermiques de 17-7ph.....	26
Tableau I.3.7 Caractéristiques électriques de 17-7ph.....	26
Tableau I.5.1 Caractéristiques cristallographiques des différentes phases du système fer azote.....	43
Tableau II.1 Composition chimique de l'acier inoxydable 17-7 ph.....	47
Tableau II.2 Les paramètres utilisés pendant l'attaque chimique.....	61
Tableau III.1 Les duretés obtenues après différents types traitements.....	72
Tableau III.2 La micro dureté en fonction d'épaisseur des échantillons.....	73
Tableau III.3 Perte de masse en fonction du temps.....	75
Tableau III.4 Distance parcourir.....	75

Introduction

Le choix d'un matériau pour une application donnée nécessite de s'assurer sa durabilité dans ses conditions d'emploi, Aujourd'hui les objectifs techniques et économiques des industriels de tous les secteurs vont dans le sens de la réduction des coûts et de l'amélioration des performances. Les pièces constitutives de machines ou équipements, de dimensions de plus en plus réduites, doivent résister à des sollicitations nombreuses :

- sollicitations internes : contraintes mécaniques, fatigue, fluage... ;
- sollicitations externes : frottement, abrasion, température, érosion, fretting... ;
- sollicitations environnementales : corrosion, oxydation, attaque chimique, chaleur...

Les traitements thermochimiques vont permettre de conférer à chaque zone la propriété de surface nécessaire à son fonctionnement, tout en autorisant des choix de matériaux de base compatibles avec les propriétés à cœur recherchées [1].

Les traitements thermochimiques ou superficiels concernent une vaste famille de procédés dont l'objectif est d'augmenter les performances mécaniques des pièces traitées.

Les traitements thermochimiques concernent cependant toutes les familles de procédés qui conduisent à une transformation chimique par diffusion de la zone superficielle des pièces traitées, la masse est modifiée, mais les dimensions sont inchangées [2].

Nous évoquerons également les limites de cette technique est sa place dans les procédés de traitements de surface.

Le travail se divise en trois chapitres :

- Le premier concerne la recherche bibliographique,
- Le deuxième concerne les techniques expérimentales utilisées, le matériel employé, et les méthodes choisies pour le traitement et la caractérisation.
- La troisième traite les résultats obtenus, ainsi que les interprétations.

Enfin, une conclusion récapitule l'ensemble du travail.

CHAPITRE I

I- Synthèse Bibliographique

I.1 CLASSIFICATION DES ACIERS

Les aciers et les fontes sont les matériaux métalliques les plus utilisés dans les différentes branches de l'industrie. Un acier est un alliage de fer et de carbone dont la teneur en carbone est $\leq 2 \%$. Selon leur usage, les aciers et les fontes, sont classées en plusieurs groupes [4].

I.1.1 Aciers de construction

Dans les groupes des aciers de construction, on trouve les aciers au carbone et les aciers alliés, destinés à la fabrication des éléments de machines, utilisés dans la construction des ouvrages d'art et des édifices. La teneur en carbone dans ce groupe d'aciers ne dépasse pas 0,5 à 0,6 %.

Un acier de construction doit posséder en plus des bonnes propriétés mécaniques, de bonnes propriétés technologiques telles que se prêter bien au formage (laminage; forgeage, emboutissage, etc.), à l'usinage, au soudage, avoir une pénétration de trempe élevée et une faible aptitude aux déformations et aux tapures de trempe.

Il existe des centaines de nuances d'aciers de construction. Les aciers de construction sont élaborés dans des fours martin (acides et basiques), dans des fours électriques ouverts et dans des convertisseurs à soufflage supérieur [3].

I.1.2 Aciers d'amélioration

Ce sont les aciers utilisés après trempe et revenu à haute température et contenant entre 0,3 et 0,5 % C. Les aciers d'amélioration doivent avoir une limite élastique élevée, une faible susceptibilité à l'entaille, une bonne pénétration de trempe et une faible aptitude à la fragilité de revenu.

Les nuances contenant entre 0,35 et 0,45 % s'emploient surtout pour les pièces de sections relativement petites, ou sollicitées par des charges relativement faibles. Pour des pièces volumineuses, on emploie les aciers alliés pour augmenter la pénétration de trempe. Pour des pièces encore plus grandes, on utilise les aciers fortement alliés exposés ci-après [3].

I.1.3 Aciers de nitruration

Appliquée à un acier non allié, la nitruration ne donne qu'un durcissement faible et la pénétration de l'azote en profondeur fragilise les pièces. Par contre, il suffit d'introduire une faible quantité d'aluminium (1 à 2) % ou éventuellement d'autres éléments d'alliage, tels que le chrome, pour que la consolidation en surface s'intensifie sans affecter le cœur. L'addition d'une certaine quantité de molybdène, assure le maintien prolongé à 550°C et ne change pas la résilience (pas de fragilisation).

La dureté obtenue dans la couche nitrurée est d'autant plus élevée que la teneur en aluminium est plus forte. Pour obtenir une résistance au cœur, plus importante, on augmente la teneur en carbone (jusqu'à 0,5 %), en gardant inchangée celle de l'aluminium [4].

I.1.4 Aciers à haute résistance

Les exigences de ces aciers sont les suivantes :

- Une résistance mécanique élevée.
- Une bonne tenue à la rupture fragile.
- Une fiabilité élevée en service.

Ces prescriptions correspondent, dans une grande mesure, aux aciers martensitiques de vieillissement qui contiennent très peu de carbone ($< 0,03$ %) et appelés aciers « Maraging ». Ce sont les ferronickels martensitiques traités par durcissement structural. Ils sont souvent additionnés de cobalt, de molybdène, de niobium, etc., pour assurer le vieillissement.

Lors du vieillissement, le chrome consolide la martensite, améliore la tenue à la corrosion. Le manganèse provoque le vieillissement de la martensite Fe-Ni, mais diminue la plasticité et la ductilité de la martensite vieillie.

Le plus utilisé des aciers Maraging est le Z3 NKDT 18-9-5 contenant 18 % Ni, 9 % Co, 5 % Mo, et 0,7 % Ti. Son traitement thermique comporte un recuit d'une heure à 820°C avec un refroidissement à l'air, suivi d'un traitement de vieillissement de 3 heures à environ 480°C. Les caractéristiques mécaniques après recuit et vieillissement sont portées dans le tableau ci-dessous. [4]

Etat	Rm (N/mm ²)	Re (N/mm ²)	A (%)	Z (%)	KCV (J/cm ²)
Recuit	650 à 1020	630 à 700	15 à 20	70 à 80	31 à 45
Vieilli	1750 à 1950	1650 à 1850	10 à 12	48 à 57	31 à 45

Tableau I.1.1 : les caractéristiques mécaniques des aciers à haute résistance [4]

Cet acier se distingue donc par ses bonnes propriétés de résistance et de ductilité. A l'état trempé, il se prête bien à l'usinage, au corroyage et au soudage. Les aciers martensitiques de vieillissement s'emploient dans les industries aéronautiques, navales, dans les constructions d'appareils de mesure et de contrôle, etc. [4]

I.1.5 Aciers à haute tenue à l'usure

Il existe deux classes d'aciers résistant à l'usure :

- Les aciers austénitiques au manganèse.
- Les aciers martensitiques au chrome.

I.1.5.1/ Aciers austénitiques au manganèse

Ce sont des aciers austénitiques à haute teneur en manganèse, de composition moyenne de (0,9 à 1,3) % C et de (11,5 à 14,5) % Mn.

Ces aciers n'ont pas une dureté particulièrement élevée, mais ils possèdent une aptitude remarquable à s'écrouir sous l'effet de faibles déformations plastiques. Ils ont de ce fait, une très bonne tenue au frottement, convenablement traités, ils sont très peu fragiles. Leur haute aptitude à s'écrouir, les empêche d'être usinables et ils ne peuvent être mis en forme que par moulage et rectification. Après coulée, ils sont constitués d'austénite et de carbure en excès (Fe, Mn)₃C, qui se précipite aux joints de grains en altérant la résistance et la ductilité.

Les aciers austénitiques au manganèse conviennent pour des pièces de frottement (rails de chemins de fer, godets d'excavateur, mâchoires de concasseur, etc.). L'acier le plus connu de cette catégorie est l'acier "Hadfield" de désignation normalisée Z 120 M 12, dont les caractéristiques mécaniques sont consignés dans le tableau ci-dessous.

Etat	Rm (N/mm ²)	Re (N/mm ²)	A (%)	Z (%)	Dureté (HB)
Trempe à l'eau	850 à 1050	340 à 440	40 à 60	35 à 40	160
Ecroui (10 à 20) %	1200 à 1250	800 à 900	15 à 25	-	200

Tableau I.1.2 les caractéristiques mécaniques Aciers austénitiques au manganèse [4]

I.1.5.2 Aciers martensitiques au chrome

Les aciers martensitiques au chrome sont des aciers résistants à l'usure, usinables et qui peuvent imposer une certaine conservation de dimensions. Il existe deux catégories :

- Les aciers ayant (0,4 à 0,48) % C et (0,7 à 1,1) % Cr.
- Les aciers ayant (0,95 à 1,1) % C et (1,3 à 1,6) % Cr.

Les aciers de la première catégorie correspondent à la nuance 42 CD 4. Pour les applications demandant une bonne résistance à l'usure, cette catégorie exige une élaboration particulièrement soignée.

Les aciers, de la deuxième catégorie, correspondent à la nuance 100 C 6, qui est une nuance d'acier pour roulements, ils ont une très haute dureté à l'état traité. Dans le cas des pièces volumineuses, pour lesquelles la trempabilité du 100 C 6 est insuffisante, on rajoute (0,2 à 0,4) % de molybdène sans faire varier la composition chimique du carbone et du chrome. [4]

I.1.6 Aciers résistant à chaud

Le besoin d'aciers pour emploi à haute température se fait sentir dans les domaines industriels suivants :

- Construction des fours; (soles, chemins de roulement, grilles).
- Construction des générateurs de vapeur.
- Boulonnerie.
- Construction des turbines à gaz ou à vapeur.

L'augmentation de température influe fortement sur les propriétés mécaniques, en particulier, elle provoque la diminution des caractéristiques de résistance (E, Rm, Re et HB) et l'

élévation des caractéristiques de plasticité en particulier, et le fluage. Par conséquent, les exigences d'emploi sont les suivantes :

- Grande résistance à la déformation à chaud (fluage, relaxation, fatigue à chaud).
- Bonne résistance aux chocs thermiques.
- Grande résistance aux agents chimiques à chaud (oxydation, corrosion).
- Facilité de mise en œuvre (aptitude à la conformation à chaud ou à froid, soudabilité, usinabilité).

La résistance à chaud peut être améliorée par addition d'éléments d'alliages à la solution solide. Ceux-ci renforcent l'énergie de liaison interatomique et retardent le processus de diffusion, tout en élevant la température de recristallisation. Les aciers, pour emploi à haute température, atteignant les 950°C (pointes d'outils de coupe en service), sont élaborés à base de nickel, de fer et de cobalt, alors que ceux atteignant des températures encore plus élevées (1200 à 1500) °C, sont réalisés à base de chrome, de molybdène et d'autres éléments difficilement fusibles. Parmi les aciers résistants à chaud, on peut citer les aciers perlitiques, martensitiques et austénitiques. [4]

I.1.7 Aciers à outils

Les aciers à outils sont des aciers au carbone et alliés à plus de 0,5 % C. Ils sont caractérisés par :

- Une dureté élevée (60 à 65) HRC.
- Une grande résistance à l'usure.
- Une forte résistance mécanique.

Dans le cas général; ce sont des aciers hypereutectoïdes et lédéburitiques, dont la structure après trempe et revenu à basse température se compose de martensite et de carbures. Pour les outils qui demandent une ductilité relativement élevée (matrices de formage à chaud), on emploie des aciers hypoeutectoïdes. Après trempe et revenu à haute température, ils acquièrent une structure de sorbite [4].

I. 2 Généralités sur les aciers inoxydables

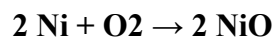
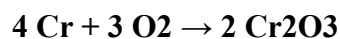
I. 2.1 Introduction

Les aciers ont en général une mauvaise résistance à la corrosion. De nombreux essais ont été faits pour les protéger. Ils sont de deux types : ajout d'éléments à l'acier lors de la fusion ou dépôt d'une couche protectrice sur le produit fini.

Il a fallu trois millénaires après la découverte du fer pour apprendre à le rendre inaltérable, c'est la découverte des aciers inoxydables.

Ces aciers sont rendus résistants à la corrosion par la création naturelle d'une couche dite de passivation. Les matériaux les plus oxydables sont les plus corrodables, et les matériaux les plus corrodables sont les plus passables. Ainsi le chrome, plus oxydable que le fer est l'additif majeur des aciers inoxydables. Allié au fer et au nickel, il provoque la formation sur leur surface un film d'oxyde ultrafin et inerte, riche en chrome qui est capable de ralentir ou même d'arrêter totalement la corrosion.

Le chrome et le nickel s'oxydent selon les réactions suivantes :



Grace aux caractéristiques principales suivantes :

- excellente résistance à la corrosion dans un grand nombre de milieux ;
- résistance mécanique notablement plus élevée que celle des matériaux traditionnels ;
- mise en œuvre plus aisée, en particulier grâce aux progrès réalisés dans le soudage ;
- facilité d'entretien, qui compense le surcoût des investissements initiaux.

Ces aciers ont pénétré de nombreux domaines industriels (bâtiment, industrie chimique et agroalimentaire, médical, transport, production d'énergie, etc.) [5].

I.2.2 Historique des aciers inoxydables

L'histoire des aciers inoxydables est fortement liée à celle du chrome et aux travaux du chimiste français Nicolas-Louis Vauquelin (1763-1889) qui a découvert ce métal en 1797. Puis, Berthier, un autre français fait en 1821 les premières observations des propriétés «Inoxydables» du fer allié au chrome [6].

En 1904, Léon Guillet puis Albert Portevin publièrent une série d'études relatives à la structure et aux propriétés des alliages fer-chrome couvrant les nuances martensitiques à 13 % de chrome et les nuances ferritiques à 17 % de chrome. En 1909, L. Guillet publia une étude sur les aciers inoxydables au chrome-nickel complétant ainsi ses études précédentes sur les alliages fer-chrome. A la même époque le métallurgiste allemand W. Giesen fit des recherches comparables. Les études de L. Guillet, A. Portevin et W. Giesen permirent ainsi, dès 1909, de classer les aciers inoxydables en fonction de leur structure et de définir les trois familles principales : martensitique, ferritique et austénitique [6].

Le passage au stade industriel est attribué à Harry Brearley pour les aciers inoxydables martensitiques. Il serait à l'origine de la première élaboration réalisée à Sheffield en 1913.

Un mérite analogue reviendrait aux allemands Benno Strauss et Eduard Maurer pour la production des aciers inoxydables austénitiques et aux américains Frederick Becket et Christian Dantsizen pour celle des aciers inoxydables ferritiques [6].

La première description de la passivité des aciers inoxydables est attribuée à l'allemand Philip Monnartz. Les recherches ultérieures ont porté sur le rôle des éléments d'alliage. Elles ont conduit à la mise au point des nuances à durcissement structural dont les propriétés aux températures élevées ont été mises en évidence par Pierre Chevenard. Au début des années 1930 J. Hochmann a découvert les nuances biphasées austéno-ferritiques appelées de nos jours duplex [6].

I.2.3. Propriétés et applications

Les aciers inoxydables présentent une grande variété de structures et donc de propriétés physiques, mécaniques et surtout chimiques. La principale propriété de ces aciers est leur excellente résistance à la corrosion, ce qui leur donne une durée de vie quasi exceptionnelle dans la très grande majorité des milieux. A cette propriété fondamentale,

s'ajoutent les caractéristiques mécaniques élevées à hautes comme à basses températures (résistance mécanique, ductilité, ténacité...).

En raison de leur résistance à la corrosion et de leurs finis de surface de tout premier rang, les aciers inoxydables jouent un rôle prépondérant dans l'industrie aéronautique, chimique, pharmaceutique et agroalimentaire, les cuisines professionnelles, l'architecture et même la bijouterie.

I.2.3.1 Propriétés de mise en forme

Les aciers inoxydables peuvent être fabriqués et transformés en utilisant un large éventail de technologies et sont entièrement « recyclable s » à la fin de leur vie utile. Son usinage est beaucoup plus difficile que celui de certains matériaux, d'où un coût considérablement plus élevé.

I.2.3.2 Propriétés physiques

Ces aciers possèdent :

- Une masse volumique de l'ordre de 7850 Kg/m^3 .
- Une capacité thermique de $0.5 \text{ J/g.}^\circ\text{C}$ pour $T = 0^\circ\text{C}$ à 100°C
- Une conductivité thermique de 16.2 W/m.K à 100°C
- Une conductivité thermique de 21.4 W/m.K à 500°C

I.2.3.3 Propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables représentent les propriétés mécaniques suivantes :

- La dureté, Rockwell B est : 79HRB ;
- La résistance à la traction est : 558 Mpa ;
- L'allongement à la rupture est : 50% ;
- Le module de Young est : 2.10^5 Mpa

I.2.3.4. Propriété électrique

- La résistivité électrique des aciers inoxydables est : $7.4 \cdot 10^{-5} \text{ ohm.cm}$.

I.2.3.5 Propriétés magnétiques

Les aciers inoxydables ferritiques et martensitiques sont ferromagnétiques « prennent à l'aimant » suite à la présence de la ferrite et de la martensite. En revanche, les aciers inoxydables austénitiques présentent, à température ambiante, une structure austénitique qui leur permet d'être paramagnétiques (amagnétiques). Certains aciers inoxydables austénitiques peuvent devenir légèrement ferromagnétiques après une déformation importante (frappe à froid, emboutissage). En effet, la déformation provoque une modification partielle de la structure austénitique en structure martensitique (formation de martensite d'écrouissage) et devenir ainsi un peu magnétique.

I.2.4 Composition et structure des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables ont été mis au point pour résoudre les problèmes de corrosion humide posés par les alliages ferreux. Comme les autres aciers, ce sont des alliages métalliques à base de fer (alliage : fer-carbone) à teneur en carbone variant de 0,02 à 1%v (pour éviter la précipitation de carbures aux joints de grains) et qui doivent contenir au moins 10,5% de chrome et contenant éventuellement d'autres éléments d'alliage soit de type interstitiel comme le carbone ou l'azote, soit de type métallique tels que le nickel, le molybdène, le titane... etc. [5].

I.2.5 Fabrication des aciers inoxydables

La fabrication des aciers inoxydables comporte quatre étapes principales qui sont, par ordre chronologique :

- l'élaboration qui comprend elle-même une phase de fusion dans un four à arc suivie d'une opération d'affinage ;
- la coulée soit sous forme de lingots, soit de plus en plus par coulée continue ;
- la transformation à chaud le plus souvent par laminage et plus rarement par forgeage ;
- la transformation à froid par laminage pour les produits plats et par tréfilage pour les produits longs.

I.2.6 Les diagrammes de phases

Les aciers sont composés de plusieurs éléments dont chacun joue un rôle sur leurs structures et leurs propriétés. Etant donné le nombre important d'éléments qui interviennent dans la composition des aciers, il n'est pas possible d'établir des diagrammes de phases. Toutefois, il est utile de connaître les diagrammes de phases binaires entre le fer et les autres éléments.

I.2.6.1 Phases de référence

Avant d'examiner les différents diagrammes d'équilibre, il est nécessaire de rappeler les variétés allotropiques du fer pur [6], schématisées sur la (Figure I.2.1). Il possède trois variétés de structure cristalline entre 0° et la température de fusion. Entre l'ambiante et 910°C , le fer a une structure cubique centrée, c'est le fer α . A partir de 910°C , il se transforme en fer γ dont la structure est cubique à faces centrées et une nouvelle transformation intervient à 1400°C jusqu'à 1538°C pour donner le fer δ dont la structure est cubique centrée.

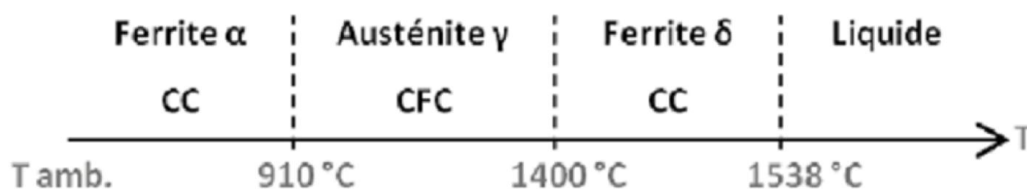


Figure I.2.1 Variétés allotropiques du fer pur [5].

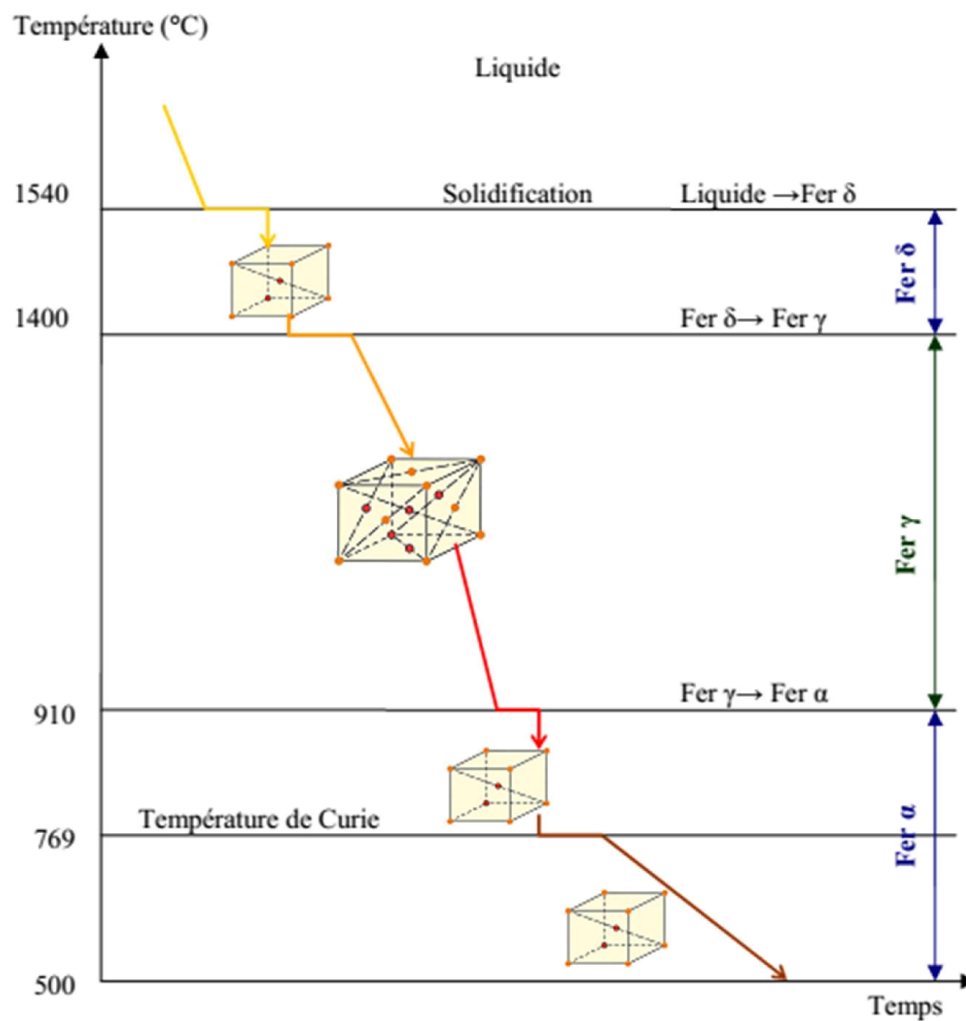


Figure I.2.2 Transformations allotropiques du fer pur au refroidissement [14].

I.2.6.2. Diagramme Fe-Cr

Les éléments d'alliage, et leurs proportions, peuvent modifier le diagramme d'équilibre Fer-carbone. Certains éléments, comme le chrome, tendent à favoriser la cristallisation en phase α , ils sont dits « alphagènes ». Comme le montre le diagramme fer-chrome (figure I.2.3) sur lequel le domaine α est très étendu. Le domaine γ est donc réduit à une zone fermée appelée « boucle γ ».

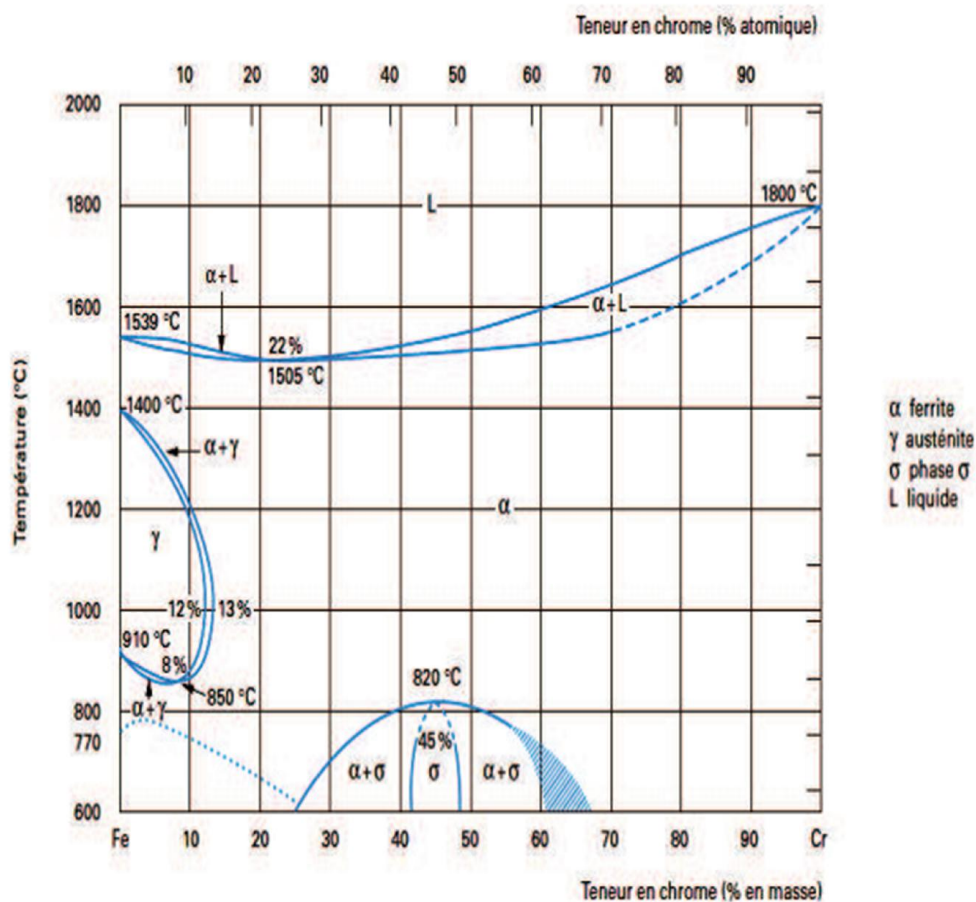


Figure I.2.3 Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [6].

On peut délimiter deux régions de teneur en chrome :

- %Cr < 13: ces alliages ont la possibilité d'être austénites totalement ou partiellement et peuvent donc subir la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ par refroidissement lent ou rapide.
- %Cr > 13: ces alliages toujours ferritiques, ne peuvent pas subir de durcissement par trempe martensitique.

Pour des températures en dessous de 820 °C, et pour des teneurs suffisantes en Cr, il y a possibilité d'apparition d'une phase intermédiaire dite phase σ fragilisant [6].

Une dernière transformation peut se produire entre 400 et 550 °C (figure I.2.3). Il s'agit d'une démixtion vers 475 °C de la phase α (une solution solide de substitution) en deux phases ferritiques dont l'une à teneur plus élevée en chrome est connue sous le terme de phase α' qui se présente sous la forme de très fins précipités dans la matrice α . Ce mécanisme est analogue à un phénomène de durcissement structural mais il peut entraîner une fragilisation de l'alliage [6].

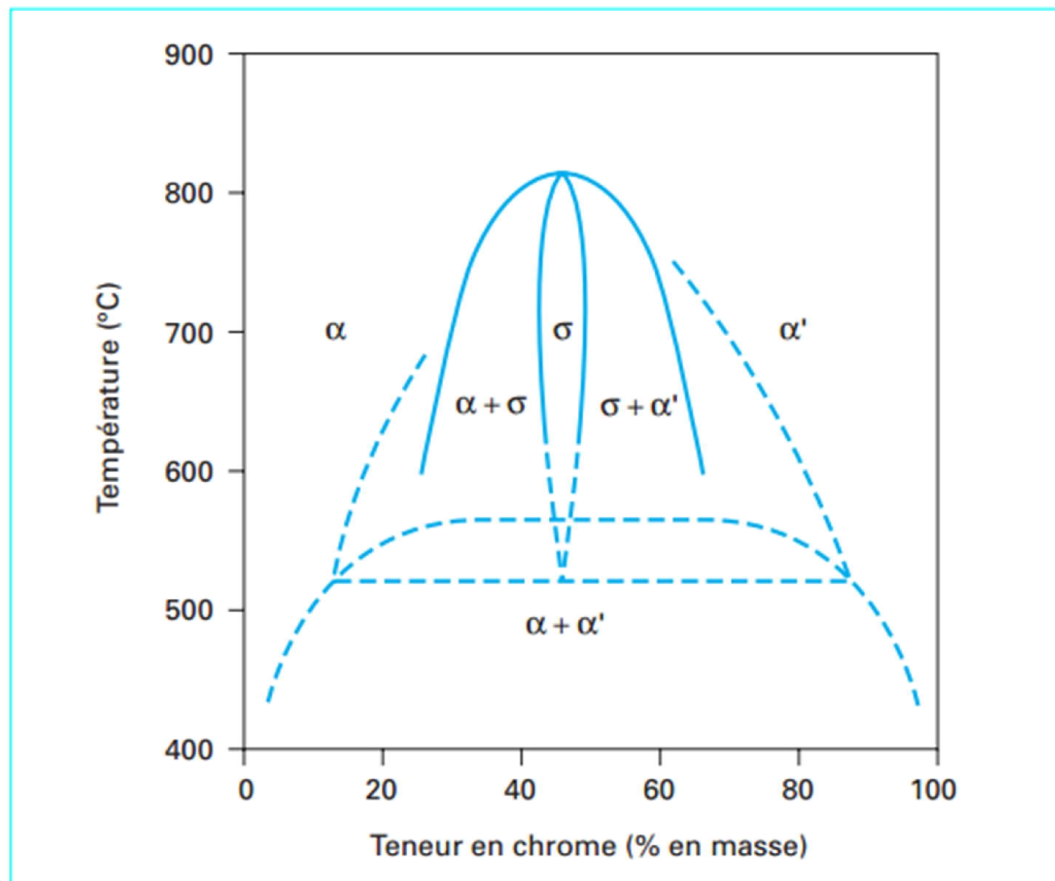


Figure I.2.4 Diagramme d'équilibre fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C [6].

I.2.6.3. Le système Fe-Cr-Ni

I.2.6.3.1. Diagramme Fe-Ni

Le diagramme Fe-Ni (figure I.2.5) montre que le domaine d'existence de la phase γ augmente avec la teneur en nickel. Le nickel est donc un élément gammagène de structure cubique à faces centrées, il favorise la phase austénitique pour des raisons d'isomorphisme.

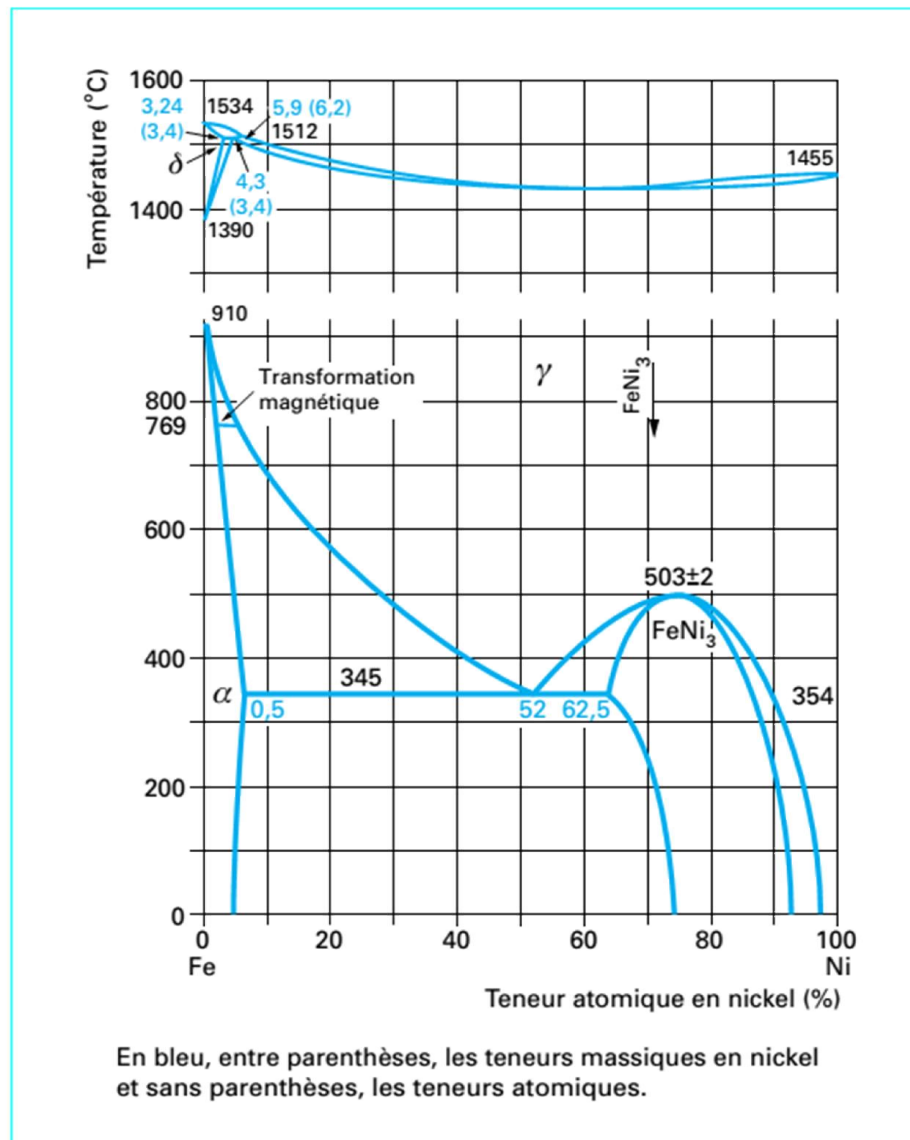


Figure I.2.5 Diagramme Fe-Ni [7].

I.2.6.3.2 Diagramme Fe-Cr-Ni

L'addition du nickel conduit à augmenter la boucle γ des alliages fer-chrome.

La phase γ du système Fe-Cr est présente avec une large extension en composition et en température et participe à des équilibres bi et triphasés.

La (figure I.2.6) qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre clairement le déplacement de la boucle γ vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel [6].

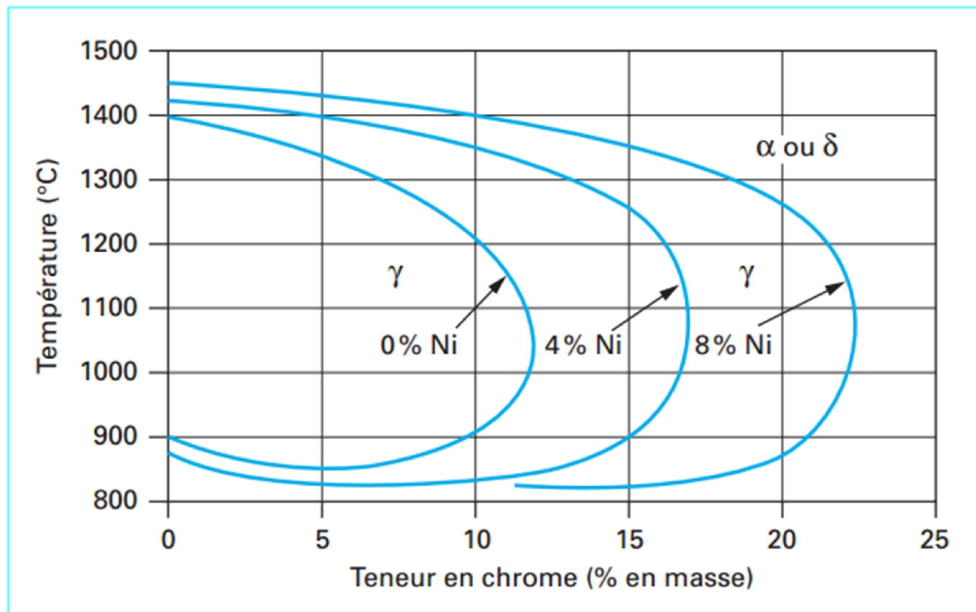


Figure I.2.6 Coupes de diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni. [6]

I.2.7 Influence des éléments d'addition

Les éléments additionnels sont divisés en deux familles: les éléments alphagènes (silicium, aluminium, chrome, molybdène, tungstène, titane, niobium) et les éléments gammagènes (nickel, manganèse, azote, carbone, cuivre, cobalt). Certains éléments ont des effets plus importants que d'autres, notamment l'azote et le carbone dont l'effet gammagène est environ trente fois plus puissant que celui du nickel.

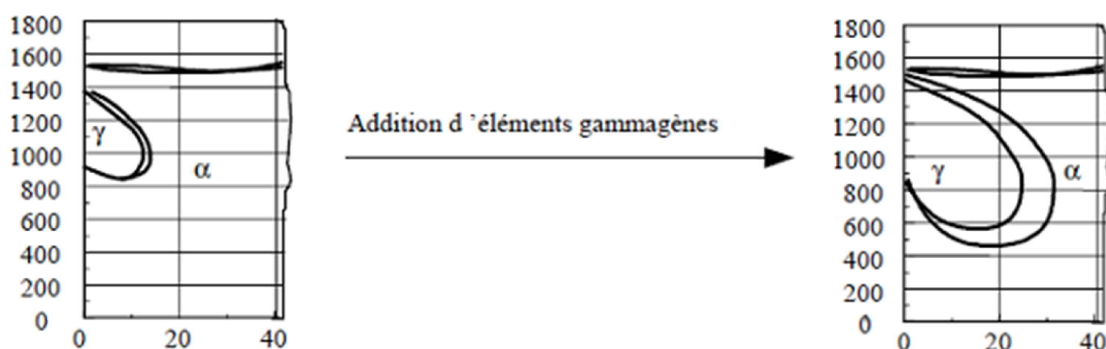


Figure I.2.7 Diagramme Fer-Chrome – Influence de l'addition d'éléments gammagènes [5].

I.2.7.1 Les éléments alphagènes

- **Le chrome (Cr)**

Élément de base de tous les aciers inoxydables qui offre la résistance à la corrosion par la formation d'un film passif en se combinant avec l'oxygène et augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et la résistance à l'oxydation à chaud.

Lorsqu'il est associé avec le molybdène et le nickel, il confère de bonnes propriétés mécaniques à des températures allant jusqu'à 500°C.

- **Le molybdène (Mo)**

C'est un élément alphagène qui, ajouté à raison de quelques pourcents, améliore la qualité du film passif, en particulier en milieux chlorurés et acides, à l'exception des solutions nitriques bouillantes.

Le molybdène augmente la résistance au fluage des aciers au chrome. Il diminue la fragilité au revenu. Il améliore sensiblement la résistance à la corrosion inter cristalline et par piqure. Il confère une plus grande sensibilité à la décarburation et au phénomène d'oxydation pour des maintiens entre 1000 et 1100°C. De plus, il augmente la résistance mécanique à chaud [5].

- **Le silicium (Si)**

C'est un élément également alphagène, il augmente la résistance à la corrosion et améliore les propriétés d'emploi à haute température ce qui lui confère une bonne résistance à l'oxydation à chaud dans le cas de l'acide nitrique mais diminue la résistance à la fissuration lors du soudage.

- **Le vanadium (Va)**

Il est un fort stabilisateur de ferrite. Avec la présence du nickel, il augmente la résistance mécanique [5].

- **Le titane (Ti)**

Doit être utilisé à une teneur qui dépasse le quadruple de la teneur en carbone. Il évite l'altération des structures métallurgiques lors du travail à chaud, en particulier lors des travaux de soudure.

- **Le niobium (Nb)**

C'est un élément alphagène, il se combine avec le carbone dans les aciers inoxydables et forme les carbures pour s'opposer à la corrosion intergranulaire.

I.2.7. 2. Les éléments gammagènes

- **Le nickel (Ni)**

Au-delà de 6 % à 8 %, sa présence se traduit par un effet gammagène et l'acier devient austénitique à toutes températures [8]. Il élargit ainsi le domaine d'existence de l'austénite. Il favorise la mise en œuvre par déformation plastique, améliore la résistance à la corrosion, en particulier la résistance à la corrosion sous tension, il affine le grain et améliore la ductilité. Le nickel a une influence favorable sur la trempabilité, la résistance au choc et la ténacité des calamines.

- **Le manganèse (Mn)**

Bien que classé comme élément gammagène, a un rôle alphagène pour des teneurs supérieures à 7 %, rend ainsi difficile la transformation de l'austénite en martensite dans les aciers Cr-Ni et lors des sollicitations mécaniques aux basses températures.

- **Le carbone (C)**

Il stabilise la structure austénitique introduit pour accroître les propriétés mécaniques de l'acier (dureté, charge à la rupture, fluage...), particulièrement sous l'effet des traitements thermiques, le carbone joue cependant un rôle néfaste vis-à-vis de la résistance à la corrosion (précipitation de carbures de chrome lorsque la teneur en carbone dépasse 0,030 % conduisant à la corrosion intergranulaire) [8]. Ceci a encouragé le développement de nuances d'aciers inoxydables à très faible teneur en carbone (inférieur à 0,03%) [8].

- **L'azote (N)**

Stabilisateur d'austénite, associé à une basse teneur de carbone, l'azote permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion intergranulaire. Il a une influence bénéfique sur la résistance à la corrosion par piqûres et la résistance à la corrosion par crevasse par précipitation du nitrure de chrome Cr_2N moins riche en chrome que Cr_{23}C_6 provoquant un moindre appauvrissement en chrome au voisinage des joints de

grains. L'azote augmente aussi la résistance à la traction et diminue la ductilité des aciers inoxydables austénitiques [5].

- **Le soufre (S)**

À des teneurs de l'ordre de 0,2 %, il améliore considérablement l'usinabilité [5] (tournage, fraisage, perçage, etc.) mais cela se fait au détriment de la résistance à la corrosion par piqûres.

- **Le cuivre (Cu)**

Il est additionné aux aciers austénitiques dans des cas particuliers pour améliorer la résistance à la corrosion ou pour accroître l'aptitude à la frappe à froid, le cuivre aide aussi à la lutte contre la corrosion bactérienne [16]. En outre le cuivre améliore l'usinabilité des aciers inoxydables austénitiques [5].

I.3 Classification des aciers inoxydables

I.3.1 Introduction

Les aciers inoxydables constituent une grande famille d'alliages métalliques. Suivant leur teneur en chrome et les traitements thermiques qu'ils ont subis, ils présentent une large gamme de propriétés.

Il existe quatre classes d'aciers inoxydables (Figure 1.3.1) inoxydables (de structures cristallographiques différentes), dont l'emploi dépend des propriétés recherchées, ils sont obtenus à partir des différentes zones de ces diagrammes :

- Les aciers ferritiques sont obtenus par refroidissement lent ;
- Les aciers austénitiques sont obtenus par trempe à partir d'une composition située dans la boucle γ , la phase austénitique résultante étant thermodynamiquement métastable ;
- Les aciers martensitiques sont obtenus de la même manière que les aciers austénitiques, à la différence que dans ce cas l'austénite obtenue est très instable à cause de la présence du carbone et se transforme en martensite ;
- Les aciers austéno-ferritiques sont obtenus à partir d'une composition située sur la limite de la boucle γ .

En plus de ces quatre principales catégories d'aciers inoxydables, on peut citer une autre famille de ces :

- Les aciers à durcissement par précipitation, est basée sur le type de traitement thermique utilisé plutôt que de microstructure [5].

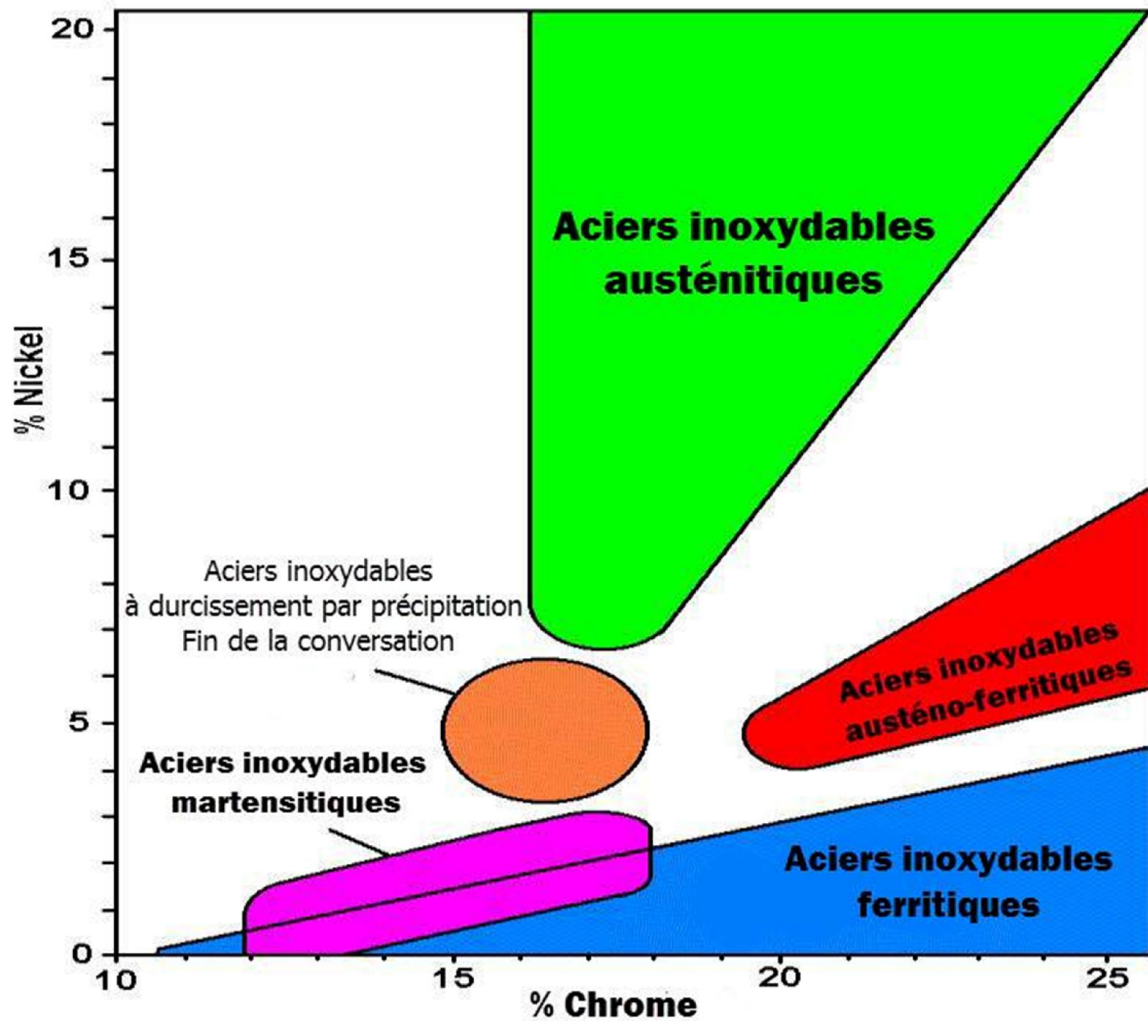


Figure I.3.1 Familles aciers inoxydables.

I.3.2 les aciers inoxydables ferritiques

La proportion de chrome dans ces alliages varie de 11 à 17 % et peut atteindre jusqu'à 24 à 28 %. On parle alors d'aciers ferritiques à haute teneur en chrome ou encore d'aciers super-ferritiques. Ces derniers présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres et par crevasses en milieux riches en chlorures.

Les aciers inoxydables ferritiques possèdent une structure cubique centrée (notée α) et ils sont caractérisés par une remontée de la température de transition α - δ du diagramme de phase, qui fait qu'en pratique leur structure reste ferritique dans tout l'intervalle de température c'est-à-dire il y a l'absence de transformation structurale (ils sont à l'état d'équilibre).

Pour garantir une structure ferritique aux hautes températures, on rajoute des éléments d'alliage dits « stabilisants » (Ti, Nb, Zr) qui ont la propriété de piéger le carbone et l'azote, éléments hautement austénitisants [9].

Ces aciers ont une très bonne résistance à la corrosion mais des caractéristiques mécaniques faibles. Ils sont ainsi facilement mis en forme par emboutissage. Ils sont utilisés dans le domaine des ustensiles ménagers (cuillères, éviers...), dans le domaine alimentaire et en milieu très agressif (eau de mer) [10].

I.3.3 Les aciers inoxydables martensitiques

Ces alliages comprennent de 12 à 18% de chrome et des teneurs en carbone pouvant atteindre environ 1% et ils peuvent contenir jusqu'à 7% de nickel, et jusqu'à 3% de molybdène. Ils présentent des propriétés intéressantes en termes de limite d'élasticité, de résistance à la corrosion et de dureté. Ils possèdent une structure martensitique (quadratique, notée α') obtenue après trempe de la phase austénitique. Cette transformation homogène se produit avec une augmentation de volume, responsable de fortes contraintes de compression et qui tend à stabiliser de l'austénite résiduelle. Ces aciers sont utilisés pour leur résistance mécanique élevée.

Ils sont utilisés comme matériaux de construction, outillage à main, coutellerie [10].

I.3.4 Les aciers inoxydables austénitiques

Les nuances les plus utilisées sont caractérisées par des teneurs en chrome et en nickel respectivement de 17 à 18 % et 8 à 14 %. L'addition de molybdène (de 2 à 3 %) leur confère une bonne tenue dans les milieux acides et ceux générateurs de piqûres ou de corrosion caverneuse.

La forte proportion de nickel sert à donner et à conserver la structure austénitique (γ) à ces aciers même à température ambiante, en plus d'augmenter leur résistance à la corrosion. Cette structure est thermodynamiquement instable à température ambiante. Elle est obtenue grâce à des trempes depuis 1000 ou 1150 °C. Les aciers austénitiques associent une bonne résistance à la corrosion à une résistance mécanique élevée, ils sont ductiles, résistants au choc et non-magnétiques; ils ne se trempent pas, mais peuvent acquérir une certaine dureté par déformation à froid. A l'état recuit, ils possèdent à ce moment une plus grande ductilité et une meilleure ténacité que les aciers ordinaires.

Même si leur teneur en carbone est relativement faible, ces aciers sont très sensibles à la corrosion inter-granulaire due à la précipitation de carbures. Ils sont utilisés dans les domaines de l'agro-alimentaire, du nucléaire, du bâtiment, des transports, de l'industrie chimique, de l'électroménager, etc. [10].

I.3.5 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques

Les aciers austéno-ferritiques sont des mélanges biphasés ferrite et austénite (d'où leur nom anglais de duplex), et contiennent des teneurs en chrome, molybdène et azote relativement élevées. Ils sont obtenus par trempe depuis une structure mixte austénite-ferrite.

Les principales nuances contiennent 22 à 25 % de chrome et 4 à 7 % de nickel. Les incorporations de molybdène (3 ou 4 %) et d'azote (0,1 à 0,3 %) permettent de limiter les corrosions par piqûres et par crevasses.

Alliant les bonnes propriétés de résistance à la corrosion des aciers ferritiques et les hautes résistances mécaniques des aciers austénitiques, ces aciers sont utilisés dans des conditions relativement agressives : industries chimique, pétrolière et maritime [10].

I.3.6 Aciers inoxydables à durcissement par précipitation

En plus de ces quatre principales catégories d'aciers inoxydables, on peut citer une autre famille de ces aciers, c'est les aciers inoxydables à durcissement par précipitation.

Les caractéristiques mécaniques de cette famille d'aciers sont obtenues à l'issue d'un traitement de durcissement secondaire afin d'améliorer des propriétés de résistance. Cette seconde phase est constituée par une fine précipitation décomposée intermétalliques [5].

I.3.6.1 Introduction

L'Aciers inoxydables à durcissement par précipitation a été développé par United Steel Corporation dans les années 1940. Depuis ce temps trois classes des aciers inoxydables à durcissement par précipitation ont été élaborés et sont utilisés dans des applications allant des écrans thermiques sur les capsules Apollo jusqu'à billes non magnétiques pour machines de flipper. Leur capacité unique de développer une résistance élevée avec des traitements thermiques relativement simples sans la perte de ductilité, et leur résistance à la corrosion supérieure à d'autres aciers de résistance similaire. Les trois classes de base des Aciers inoxydables à durcissement par précipitation qui ont évolué au fil des ans sont; austénitique, martensitique et semi-austénitiques. Le mécanisme de durcissement final dans les trois classes est le durcissement par précipitation. [11]

I.3.6.2. Classe des aciers inoxydables durcis par précipitation

Les aciers inoxydables durcissant par précipitation sont des alliages fer-nickel-chrome contenant un ou plusieurs éléments de renforcement de précipitation tels que l'aluminium, le titane, le cuivre, le niobium et le molybdène. Sont obtenues à l'issue d'un traitement de durcissement secondaire suivant un traitement thermique de trempe ou d'hypertrempe.

Il existe trois groupes d'aciers inoxydables à durcissement par précipitation. Les type sont déterminé par la température de début de martensite de et fin de martensite (M_s et M_f), ainsi que la microstructure de trempe [12].

L'une des équations empiriques qui est souvent utilisée pour prédire la température de début de martensite (en F) est la suivante:

$$M_s = 2160 - 66 (\% \text{ Cr}) - 102 (\% \text{ Ni}) - 2620 (\% \text{ C} + \% \text{ N})$$

où Cr = 10-18%, Ni = 5-12,5%, et C + N = 0,035 à 0,17%.

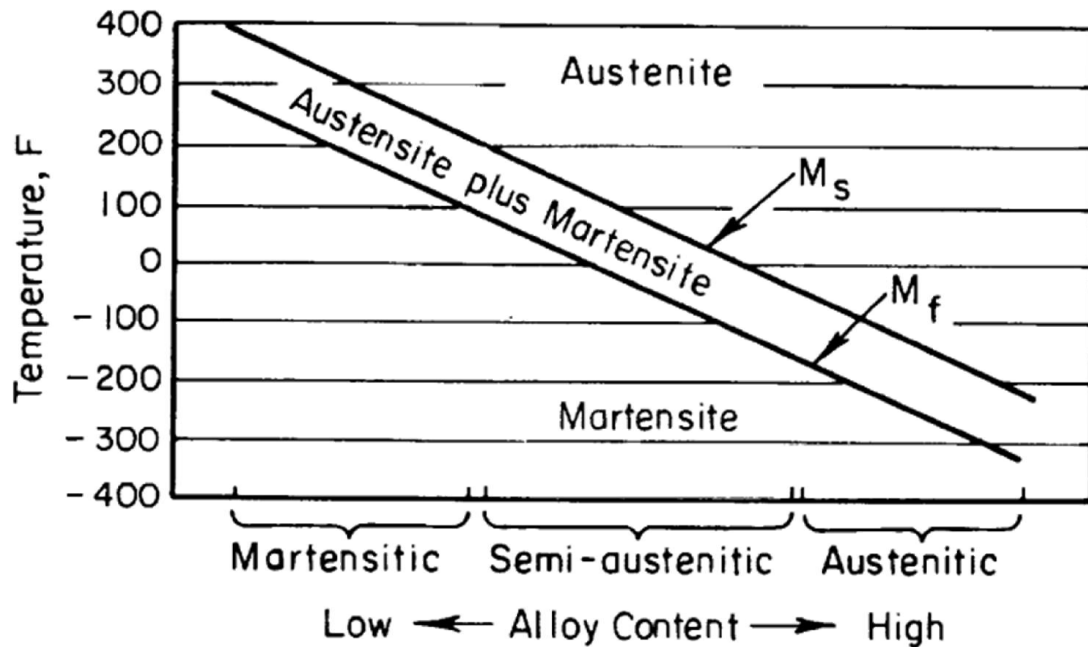


Figure I.3.2 L'effet de la teneur en alliage de la température de transformation de l'acier inoxydable à durcissement par précipitation

• Aciers martensitiques

Très faible teneur en carbone, Le M_f de ce groupe est supérieure à l'ambiante, après trempe à partir de la température de traitement de mise en solution, ils transforment complètement dans une matrice martensitique.

Alliages	Désignations	C	Mn	Si	Cr	Ni	Al	Cu	Ti	Mo	Autres
Inox W	S17600	0.1	0.5	0.5	17	6.3	0.2		1	...	P 0.3
17-4 PH	S17400	0	0.6	0.6	16	4.3	...	3.2	...	...	...
15-5 PH	S15500	0	0.6	0.6	15	4.3	...	3.2	...	...	...
13-8 PH	S13800	0	0.1	0.1	13	8.5	1.1	...	...	2	...

Tableau I .3.1 les aciers inoxydables à durcissement par précipitation martensitique.

- **Aciers semi-austénitiques**

Ces alliages contiennent grand teneur en nickel et de carbone, ce qui abaisse la température de M_f , bien en dessous de température ambiante. Par conséquent, leur microstructure à l'état fourni est austénite métastable ductile.

Alliages	Désignations	C	Mn	Si	Cr	Ni	Al	N	Mo
17-7PH	S17700	0.1	0.5	0.3	17	7.1	1	0	...
15-7 PH	S15700	0.1	0.5	0.3	15	7.1	1	0	2.2
AM-360	S35000	0.1	0.6	0.4	17	4.3	...	0.1	2.8
AM-355	S35500	0.1	0.9	0.4	16	4.3	...	0.1	2.8

Tableau I .3.2 les aciers inoxydables à durcissement par précipitation semi-austénitiques

- **Aciers austénitiques**

La teneur en nickel est supérieure, nuances austénitiques non magnétiques, possède une température M_s très basse et conserver une structure austénitique stable à température ambiante. Ils sont maintenant les moins répandues des trois types et ont été en grande partie remplacée par du nickel et du cobalt.

Les aciers inoxydables durcis par précipitations développent une résistance élevée et une ténacité par des ajouts d'aluminium, le titane, le niobium, le vanadium et l'azote, qui forment des précipités pendant un traitement de vieillissement à la chaleur.

Il existe deux principaux types d'aciers inoxydables PH :

- Semi- austénitiques
- Martensitiques

I.3.6.3. Propriétés des aciers inoxydables à durcissement par précipitation

Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation ont été développés pour fournir la force et une ténacité élevées tout en conservant une bonne résistance à la corrosion. Dont certains peuvent être traités thermiquement pour fournir résistance à la traction de 850 MPa à 1700 MPa et obtenir forces de 520 MPa à plus de 1500 MPa, Ils ont été développés pour combler le déficit imposée par les limites de renforcer les aciers austénitiques et ferritiques [13].

Les aciers semi- austénitiques

- **Caractéristiques mécaniques de 17-7ph**

Elongation à la rupture (%)	<25
Module d'élasticité (GPa)	214
Résistance à la traction (MPa)	1020-1550
Résistance aux chocs (J m-1)	61-115

Tableau I.3.4. Caractéristique mécanique de 17-7ph

- **Caractéristiques physiques**

Densité (g cm-3)	7,81
Point de fusion (°C)	1435

Tableau I.3.5. Caractéristiques physiques de 17-7ph

- **Caractéristiques thermiques**

Coefficient d'expansion thermique à 20-90C (x10-6 K-1)	15,3
Conductivité thermique à 23C (W m-1 K-1)	16,7

Tableau I.3.6. Caractéristiques thermiques de 17-7ph

- **Caractéristiques électriques**

Résistivité électrique (μOhm cm)	80-85
---	--------------

Tableau I.3.7. Caractéristiques électriques de 17-7ph

I.3.6.4 Microstructure des aciers inoxydables durcis par précipitation

a) Les aciers martensitiques

Les aciers martensitiques à transformation directe par exemple, 17-4 PH, 15-5 PH, 16-6 PH. Après trempe, suivi d'un revenu, on obtient directement une structure martensitique. Le durcissement structural par précipitation ou durcissement secondaire est obtenu par précipitation de composés intermétalliques de type Ni_3Cu par chauffage [6].

b) Les aciers semi- austénitiques

Les aciers semi-austénitiques ou à transformation martensitique Indirecte. Par exemple, 17-7 PH (AISI 631), PH 15-7 Mo, AM-350, AM-355, PH 14-8 Mo. Ces nuances sont telles que le point de transformation M_s est situé en dessous de la température ambiante. Après hypertrempe, l'alliage conserve une structure austénitique à l'état métastable. C'est dans cet état structural que sont effectuées les opérations de mise en œuvre. La structure est ensuite transformée en martensite, soit par refroidissement au-dessous de M_s c'est-à-dire déstabilisation, soit par un traitement de carbone et de l'azote par chauffage entre 750 et 800 °C suivi du traitement par précipitation de composés intermétalliques Ni_3Al et $NiAl$ [6].

I.4 Les Traitements Thermiques

I.4.1 Introduction

Les traitements thermiques traditionnels font partie d'un processus physique permettant l'amélioration des propriétés des pièces mécaniques et des mécanismes. Le procédé se résume dans la succession des opérations de chauffage, de maintien et suivi d'un refroidissement approprié conformément aux différents diagrammes d'équilibre et d'analyse thermique.

Ces traitements, pour leur élaboration, exigeaient certains paramètres et facteurs de faisabilité, parmi lesquels on peut citer la nature du matériau, le pourcentage de carbone, la température de chauffage et la loi du cycle de refroidissement permettant la sélection de telle ou telle structure composite recherchée. Ils conduisent à l'amélioration des caractéristiques et des propriétés superficielles par changement de structure cristalline ou par changement de composition chimique.

L'industrie moderne ne cesse d'utiliser des matériaux nouveaux, de plus en plus diversifiés (Aciers, fontes, céramiques, composites).

Et donc, ces traitements destinés initialement à l'augmentation des propriétés tribologiques des pièces et des outils de coupe, se sont trouvés, au vu du progrès techniques et l'exigence des besoins de l'industrie mécanique en adéquation avec l'apparition de nouveaux matériaux durs.

C'est ainsi que l'alternative de l'introduction des carbures, caractérisés par une dureté extrêmement élevée, en vertu du caractère covalent très prononcé de leurs liaisons atomiques, font leur première application [15].

I.4.2 Définition

On désigne par traitement thermique, tout cycle d'opération faite à chaud, destinée à modifier les propriétés mécaniques d'un métal pour lui donner de nouvelles qualités mécaniques.

Les traitements thermiques des métaux et des alliages ont pour but de modifier les propriétés de ces corps, uniquement par variation de la température.

Le mode opératoire du traitement thermique consiste en un chauffage, un maintien et ensuite un refroidissement (Figure I.3.1) [15].

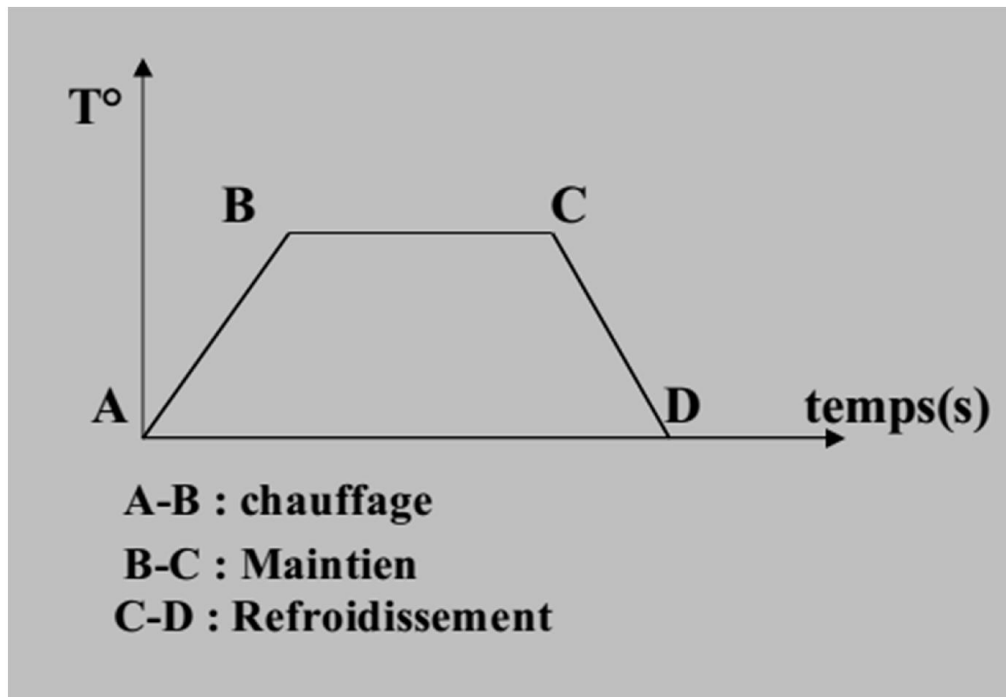


Figure I.4.1 mode opératoire d'un traitement thermique [15].

Le choix d'un traitement thermique reste étroitement lié à la composition chimique, le pourcentage du carbone (% C) de la pièce mécanique, ainsi qu'à son emploi ultérieur. L'industrie mécanique utilise dans la fabrication des mécanismes et des éléments de machine des aciers de construction qui sont des aciers au carbone où le plus souvent leur teneur en carbone ne dépasse pas 0.5 à 0.6 % C.

La teneur en carbone est un facteur très important, dans la variation des propriétés mécaniques des aciers, et de ce fait la détermination du traitement thermique à faire subir à la pièce mécanique est basée sur la connaissance du diagramme d'équilibre Fer-Carbone [14].

I.4.3 Les principales étapes dans les traitements thermiques :

I.4.3.1 Chauffage des pièces

La première étape de chaque traitement thermique est le chauffage de la pièce à la température exigée. Le chauffage doit s'effectuer très rapidement pour avoir une faible consommation d'énergie et une grande productivité.

I.4.3.2 Conditions de chauffage des pièces en traitements thermiques :

L'appareil de chauffage doit permettre :

- D'atteindre et de maintenir toutes les parties de la pièce à une température déterminée et avec une précision de l'ordre de plus ou moins 5°C.
- D'éviter une dénaturation du métal et principalement une décarburation dans le cas des aciers.
- De présenter des possibilités de préchauffage lorsque la température à atteindre est élevée.

En général seul le chauffage dans une enceinte fermée possédant une régulation automatique de température est susceptible d'offrir la solution cherchée [3].

I.4.4 Notions sur les traitements thermiques

Les traitements thermiques sont des opérations dont le mode opératoire comporte un chauffage suivi de refroidissement, qui a pour but de donner à une pièce métallique les propriétés les plus convenables pour son emploi ou sa mise en forme.

Ils permettent d'améliorer dans une large mesure les propriétés mécaniques d'un acier de composition déterminée. Le but principalement recherché étant l'augmentation de la limite élastique et la diminution de la fragilité.

Un traitement thermique est défini par la variation de la température du métal en fonction du temps (cycle thermique).

D'une façon générale, un traitement thermique ne modifie pas la composition chimique de l'alliage [14]. Mais il peut apporter des modifications relatives aux trois points de vue suivants:

- A. constitution (état du carbone, et forme allotropique du fer).
- B. structure (grosseur des grains et répartition des constituants).
- C. état mécanique (les différences de température aux divers points de la pièce provoquent des irrégularités de dilatation qui peuvent créer des contraintes propres et causer des déformations externes).

Les principaux traitements thermiques de larges applications sont :

- la trempe.
- le revenu.
- le recuit.

I.4.5 La Trempe :

La trempe comme traitement thermique est utilisée pour améliorer la qualité d'emploi de l'acier en lui donnant une meilleure dureté.

I.4.5.1 Cycle thermique de la trempe :

Le cycle thermique comporte trois phases successives

1. chauffage à une température θ_t (température de trempe correspondant à un état austénitique. La durée de mise en température est suffisamment prolongée pour que l'homogénéité thermique soit réalisée jusqu'au cœur de la pièce.
2. Maintien à cette température de façon à réaliser plus ou moins complètement la mise en solution des carbures dans les fers γ et l'homogénéisation de l'austénite. L'ensemble de ces deux phases est dit (austénitisation).
3. Refroidissement par immersion dans un milieu convenable, suffisamment rapide pour assurer la transformation correspondant à la constitution prévue par le diagramme d'équilibre voir la figure I.3.5.

I.4.5.2 Facteurs de trempe

Les transformations subies par l'acier lors du refroidissement dépendent de nombreux facteurs.

En première approximation, pour une pièce de petites dimension, les facteurs de trempe sont au nombre de quatre :

1. Composition chimique.
2. Température de trempe.
3. Loi de refroidissement.
4. Effet de masse.

I.4.6 Le Revenu

I.4.6.1 Définition

L'acier trempé souvent très dure qu'il n'est nécessaire, et généralement trop fragile. Pour pouvoir être mise en service, La trempe est habituellement suivie d'un revenu qui consiste en un chauffage au-dessus à A_{C1} avec maintien de durée suffisante, suivi d'un refroidissement relativement rapide.

Le revenu réalise un compromis entre deux exigences contradictoires :

Diminution de la fragilité et haute dureté. Il augmente l'allongement et surtout la résilience; mais il diminue la dureté, la limite élastique et la résistance à la traction.

Lors du revenu, le chauffage effectué à un double effet .il tend à réaliser l'équilibre physico-chimique (ferrite + cémentite)

De plus, et c'est l'effet essentiel, il y a atténuation ou disparition des contraintes propres (Équilibre mécanique) d'où diminution de la fragilité [15].

I.4.7 Le Recuit

I.4.7.1 Définition et rôles du recuit

Il est défini par un cycle thermique dont les étapes sont :

- Un chauffage jusqu'à une température de recuit.
- Un maintien isotherme à cette température.
- Un refroidissement généralement lent, qui s'opère habituellement à l'air où on utilise un milieu assurant une vitesse de refroidissement plus faible (four...) [15].

I.4.7.2 Effets du recuit

Le recuit amène le métal en équilibre physico-chimique initial, et tend à réaliser l'équilibre structural.

Donc, il a pour but de faire disparaître les états hors d'équilibre résultant de traitements antérieurs, thermiques ou mécaniques.

L'état de recuit correspond aux valeurs maximales des caractéristiques de ductilité, et aux valeurs minimales des caractéristiques de résistance [15].

I.4.7.3 Les différents genres de recuits

Suivant l'état structural ou mécanique de l'acier et le but à atteindre, on peut distinguer plusieurs genres de recuit (Figure I.3.6) :

- **Recuit complet** : généralement appelé simplement recuit, il a pour but de provoquer la formation d'une structure d'une dureté minimale favorable à l'usinage ou à la déformation.
- **Recuit de détente** : dont la finalité est de faire relâcher plus ou moins complètement les tensions résiduelles dues aux opérations thermique ou mécanique intérieures.
- **Recuit de globalisation** : qui donnent à l'acier une structure la plus homogène que possible avec des carbures globulaires.
- **Recuit d'adoucissement** : atténuer l'état de la contrainte le plus complètement possible sans changer la structure de trempe.

- **Recuit de régénération ou normalisation** : sert à affiner le grain (le rendre plus petite) pour les pièces qui ont subi un grossissement de grain parce qu'il était exposé à une température élevée lors d'une opération de forgeage, moulage ou soudage. Le traitement s'effectue, pour une durée de quelques minutes, entre 50 et 100°C au-dessus de la limite inférieure du domaine austénitique le refroidissement (normalement à l'air) ne doit pas être trop lent pour éviter un grossissement de grain de la ferrite.
- **Recuit de diffusion** : s'emploie pour les lingots d'acier allié dans le but d'affaiblir la ségrégation dendritique inter-cristalline qui renforce la susceptibilité d'un acier subissant la pression à la cassure fragile, l'anisotropie des propriétés et aux défauts tels que cassures, stratifiés ou flocons.
- **Recuit de recristallisation** : sert à diminuer la fragilité d'un métal écroui et de redonner sa capacité de déformation. Pour un acier ordinaire, ce traitement s'effectue au-dessus de 600°C [3].

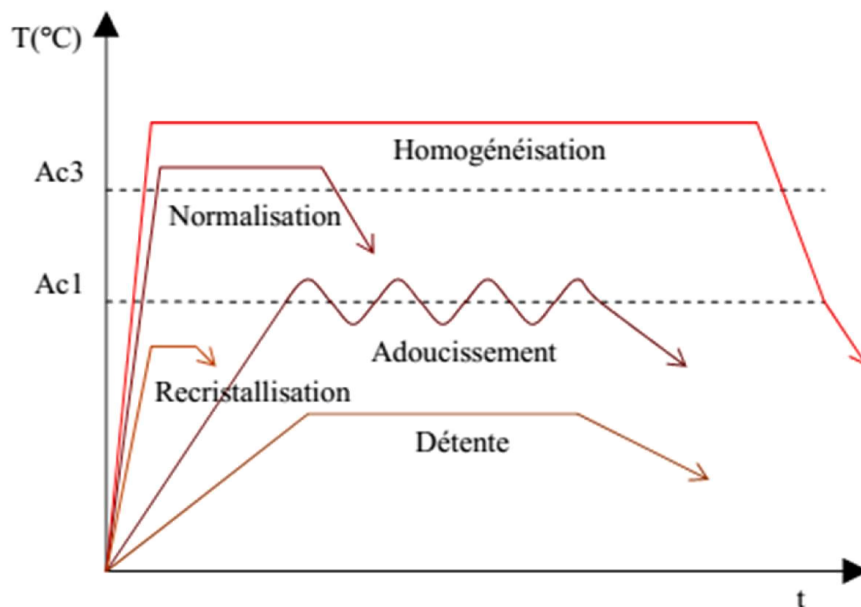


Figure I.4.2 les différents cycles thermiques du recuit [14].

I.4.8 Traitements Thermiques des Aciers semi-austénitiques

I.4.8.1 Aciers semi-austénitiques ou à transformation martensitique indirecte

Pour ce type d'aciers, la structure obtenue après traitement d'hypertrempe (température : 1040 à 1 070 °C) est austénitique (instable) avec une certaine proportion de ferrite (inférieure à 20 %), présente sous forme de bandes.

Le traitement de durcissement par revenu est donc précédé d'un traitement de déstabilisation de l'austénite, qui peut être de deux types : conditionnement ou traitement par le froid.

- Le traitement de conditionnement comporte un maintien vers 750-800 °C : l'austénite formée possède donc un point M_s supérieur à 70 °C et un point M_f proche de l'ambiante. Au refroidissement (air ou huile), la quasi-totalité de l'austénite se transforme donc en martensite, ce qui évite un traitement par le froid. On pourra pour plus de sûreté rester au moins une heure à l'ambiante. Ce traitement a cependant l'inconvénient d'être accompagné de la précipitation de carbonitrides de chrome aux joints austénite-ferrite lors du maintien à 750-800 °C : c'est d'ailleurs cette précipitation qui déstabilise l'austénite en l'appauvrissant en carbone et azote. Cette précipitation intergranulaire est néfaste aux propriétés de ductilité et de résilience.
- Un maintien à 940-960 °C permet par contre de conserver le carbone en solution solide. Cependant, le point M_f est alors inférieur à l'ambiante et il faudra prolonger la trempe par un traitement par le froid à – 80 °C par exemple. Notons que la déstabilisation de l'austénite peut aussi, et le plus souvent, être obtenue par écrouissage à froid (taux de réduction > 50 %).

Après obtention d'une structure martensitique à 80-95 % (le reste est de la ferrite), on procède au durcissement par revenu (précipitation de $NiAl$) à des températures allant de 450 à 570 °C et pour des temps de 1 à 4 h. Les températures les plus basses correspondent aux caractéristiques mécaniques les plus élevées. Un double revenu de 2 h à 760 °C + 4 h à 565 °C peut être préféré après trempe à partir de 930 °C : on obtient ainsi une amélioration de la ductilité à résistance quasiment inchangée. Le revenu à 760 °C est réalisé en domaine intercritique et est suivi d'un maintien à l'ambiante. [21]. La Figure II. Montres comme exemple un traitement thermique standard pour acier inoxydable à durcissement par précipitation semi-austénitique 17-7ph

Table 1
Standard Heat Treatments

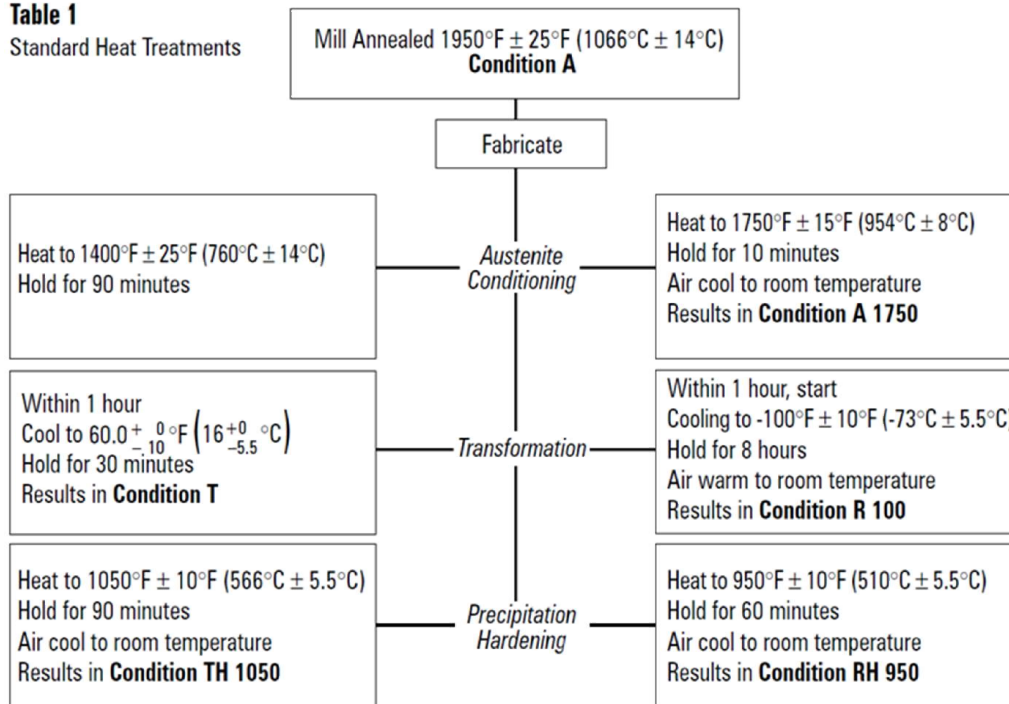


Figure I.4.3 Traitements Thermiques standards de l'acier 17-7 Ph. [22]

I.5 Traitements thermochimiques

I.5.1 Généralités

Un traitement thermochimique est un traitement thermique effectué dans un milieu convenablement choisi pour obtenir une modification de la composition chimique du métal de base, par échange avec ce milieu [17]. Dans le cas de ces traitements, les éléments mis en jeu pour enrichir la couche superficielle du métal sont apportés par des milieux qui peuvent être solides (ciments), liquides (bains de sels), ou gazeux. L'opération de diffusion est suivie ou non, selon la nature des éléments apportés, d'un traitement thermique de durcissement par trempe provoquant la transformation de l'austénite en martensite de la couche enrichie.

Il existe différents traitements thermochimiques (de diffusion) selon les éléments apportés à la surface du substrat (carbone et azote en particulier). Dans tous les cas, les mécanismes mis en jeu se décomposent en quatre étapes simultanées [18]:

- Transport de la molécule AX vers l'interface interne de la pièce.
- Dissociation de la molécule AX et libération de l'élément A qui s'absorbe sur l'interface externe.

- Diffusion des atomes A dans le substrat (seul les éléments sous forme atomique peuvent diffuser, d'où la nécessité d'une dissociation préalable).
- Eventuellement, diffusion vers l'extérieur d'un élément B du substrat pour former une couche de conversion avec l'élément A adsorbé.

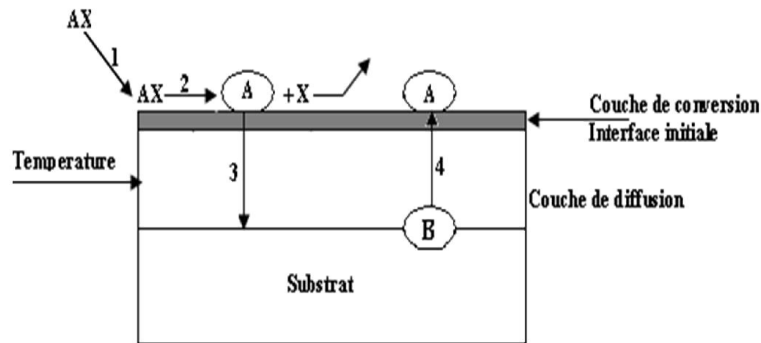


Figure I.5.1 Les étapes principales d'un traitement thermochimique de diffusion.

I.5.2 Cémentation

La cémentation est un traitement thermochimique auquel est soumis un produit ferreux porté à l'état austénitique pour obtenir un enrichissement superficiel en carbone, élément qui se trouve alors en solution solide dans l'austénite. Le produit ferreux cémenté subit un durcissement par trempe immédiate ou ultérieure.

La surface des pièces est mise en contact avec un milieu susceptible de fournir du carbone libre par une réaction chimique à haute température ; la température de cémentation est choisie supérieure à la température A_{c3} de l'acier, et généralement comprise entre 900 et 1000° C, parce que la faible solubilité du carbone dans la ferrite implique que le traitement s'effectue dans le domaine austénitique. De plus, on peut ainsi, dans la plupart des cas, effectuer le traitement de durcissement par trempe martensitique directement à partir de la température de cémentation [17].

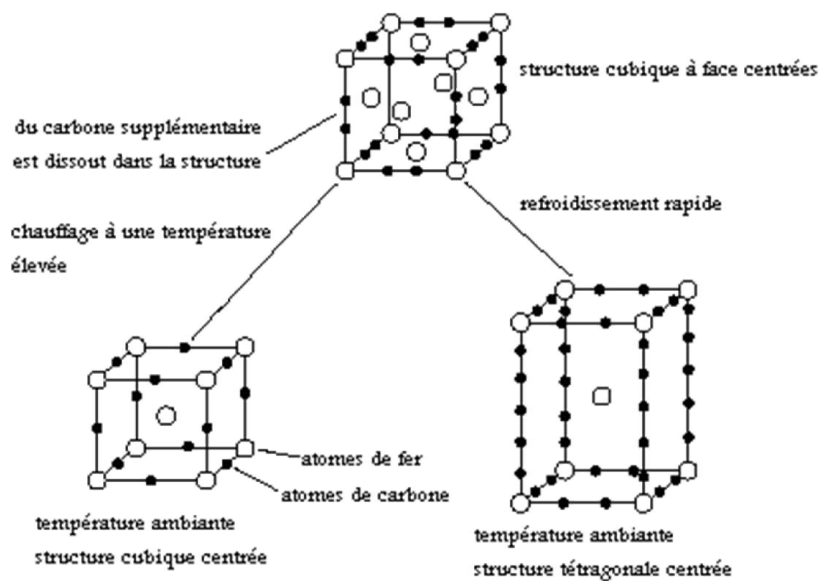


Figure I.5.2 Changement ayant lieu lors des traitements à haute température

Le but de ce double traitement, diffusion et durcissement par trempe, est d'obtenir à la surface de l'acier une couche de 0,3 à 2mm d'épaisseur à haute teneur en carbone (généralement comprise entre 0,60 et 0,90 %), ayant une structure essentiellement martensitique de grande dureté (pouvant atteindre 700 à 900 HV en surface), présentant des contraintes résiduelles de compression élevées, capable de résister à des sollicitations mécaniques sévères, et reposant sur un cœur ayant une dureté nettement moins élevée (inférieure ou égale à 400 HV environ) et présentant de bonnes caractéristiques de ténacité. Il vise aussi à l'obtention de pièces ne nécessitant pas ou peu de finition. Les différents paramètres métallurgiques sur lesquels il faut jouer pour obtenir ces résultats sont multiples [17].

Pour les techniques, c'est l'état des agents de carburation qui les détermine.

1.5.2.a) Cémentation en caisse :

Les céments solides sont des mélanges à base de matières carbonées aptes à former les gaz ou les espèces carburantes. La cémentation se fait en vase clos pour éviter que les gaz ne s'échappent, d'où le nom de cémentation en caisse donné à ce procédé, peu utilisé actuellement et réservé au traitement de grosses pièces ou série limitées de petites pièces.

1.5.2.b) Cémentation liquide :

Les ciments liquides sont à base de cyanures ou de ferro-cyanures fondus. Les pièces sont immergées dans le bain de sel fondu à la température choisie pour la réaction chimique et la diffusion.

La cémentation en bain de sel permet un chauffage homogène et une action chimique régulière, sa mise en œuvre est simple et son coût d'investissement est faible, mais les sels de cyanure utilisés ont des effets polluants [17].

1.5.2.c) Cémentation gazeuse :

La cémentation gazeuse est la plus employée. Elle se fait industriellement à partir d'atmosphères obtenues par instillation et décomposition à chaud de liquides organiques tels que méthanol ou éthanol utilisés purs ou dilués, ou par combustion d'hydrocarbures, atmosphères qui sont caractérisées par leur potentiel carbone [17].

1.5.3 La nitruration

La nitruration est une méthode thermochimique ferritique de diffusion d'azote naissant à la surface d'aciers et de fontes [20]. La diffusion est basée sur la solubilité de l'azote dans le fer.

Ce traitement est actuellement celui qui est le plus largement utilisé, notamment dans le domaine de l'outillage de mise en forme à froid et à chaud. La nitruration est surtout utilisée pour améliorer les propriétés mécaniques superficielles des pièces entièrement usinées, en améliorant notamment :

- La résistance à l'usure par augmentation de la dureté superficielle et la limite élastique par introduction de contraintes résiduelles de compression.
- La résistance d'endurance au grippage par diminution du coefficient de frottement.
- La résistance à la corrosion par modification de la composition chimique superficielle du métal.

I.5.3.1 Principe

La nitruration est un traitement thermochimique dans lequel on fait diffuser de l'azote de la surface vers le cœur de la pièce. La température de traitement est comprise entre 400 et 580°C. Dans le cas des aciers, la pièce subit initialement un traitement thermique de trempe suivi d'un revenu à haute température.

I.5.3.2 Applications

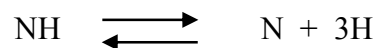
Selon les sollicitations de services, la nitruration peut être appliquée aux soupapes, engrenages, pignons, guide-fils, clapets, mécanismes de distribution, pistons, cames, rouleaux, vis sans fin, gabarits, etc.

Aussi, on peut nitrurer ou nitrocarburer les tiges de vérins, axes de pistons, culbuteurs, poussoirs, arbres à cames, pièces de suspension hydraulique, vilebrequins, chemises de cylindres de moteurs, la nitruration diminue le coefficient de frottement de 30% environ [20].

I.5.3.3 Techniques de nitruration

Ce n'est qu'en 1921 que les recherches de A.FRY établirent l'existence de différentes combinaisons Fe-N. En particulier, le nitruure Fe_2N , qui contient 11.10%N, et le nitruure Fe_4N qui contient 5.90 % N et une autre solution solide à 0.5% azote [3].

Dans ce procédé, l'azote est produit par la décomposition du gaz d'ammoniac qui constitue l'atmosphère nitrurant selon la réaction suivante :

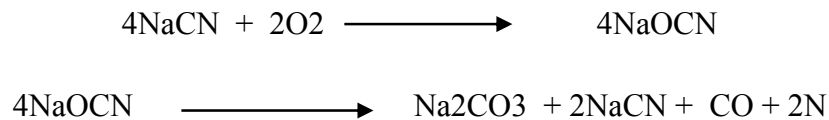


La température usuelle de nitruration est comprise entre 500°C et 550°C ; elle est inférieure à la température de transformation eutectoïde dans les binaires Fe-N qui est de l'ordre de 590°C.

Une partie de l'azote produit diffuse à la surface de l'acier tandis qu'une partie est désorbée pour reconduire à la formation de la molécule N_2 . La diffusion de l'azote dépend de la concentration locale en azote atomique. La nitruration gazeuse se déroule en général dans un four de type cloche équipé d'un système de convection forcée de l'atmosphère [3].

I.5.3.3.a Nitruration liquide

Dans ce type de nitruration, on utilise des bains de sels fondus à 570°C (cyanure alcalin). Applicable aux aciers alliés et aux aciers de nitruration alliés [3]. L'apport d'azote est dû à la décomposition des cyanates formés par oxydation des cyanures :



I.5.3.3.b Nitruration ionique

La nitruration ionique est obtenue dans une décharge luminescente, c'est-à-dire, l'azote est introduit à partir d'ions d'un plasma obtenu par décharge électrique sous tension de 1100 à 1400 V dans une atmosphère raréfiée contenant un mélange gazeux ($\text{N}_2 + \text{NH}_3$) à faible pression.

Les pièces à traiter sont connectées à l'électrode négative (cathode) et l'anode est constituée par la caisse de l'installation. La décharge luminescente est établie entre la cathode (pièce) et l'anode, et les ions de gaz, en bombardant la surface de la cathode, la portent à la température de saturation [3]. Le processus est réalisé en deux étapes :

- Nettoyage de la surface par pulvérisation cathodique
- Réalisation directe de la saturation

I.5.3.3.c Nitruration solide (en caisse)

Contrairement à la nitruration gazeuse qui est connue depuis le début du $\text{xx}^{\text{ème}}$ siècle, le brevet d'invention de la nitruration solide (en caisse) n'a été obtenu qu'en 1978.

Ce mode de traitement requiert l'enterrement de la pièce métallique à traiter dans la vermiculite ou un autre milieu poreux contenant de l'urée ou un autre agent nitrurant convenable [26].

L'avantage de nitrurer la pièce métallique sans avoir recours à un four spécial ou un traiteur très qualifié.

La relation entre l'épaisseur de la couche nitrurée et le temps ainsi que la température est similaire à celle existante aux autres modes de nitruration.

Les milieux considérés convenables comme milieu de nitruration solide sont –entre autre- : vermiculite, charbon de bois granulé, argile poreux granulé, céramique poreux granulé ...etc.

En général, ce sont les matériaux :

- chimiquement inertes.
- ayant un taux d'absorption élevé.
- stables à haute température.
- constitués de particules dont la forme est facilement encaissable et ayant une résistance mécanique suffisante à haute température.

Une température de nitruration entre 500°C et 565°C typique pour les autres modes de nitruration est bien satisfaisante.

Le temps nécessaire pour la nitruration en caisse varie entre 4 et 24 heures, avec des temps plus longs, une oxydation des surfaces à nitrurer est à craindre.

I.5.3.4 Diagrammes d'équilibre

La détermination de la nature des phases cristallines formées durant la nitruration d'aciers de construction nécessite la connaissance des diagrammes d'équilibre. Dans la pratique, l'équilibre thermodynamique n'est certainement pas atteint. Les diagrammes d'équilibre donnent néanmoins une indication intéressante sur la nature des phases formées.

I.5.3.5 Diagramme binaire fer-azote

Dans le cas de la nitruration du fer pur, les phases qui apparaissent sont celles du diagramme fer-azote (figure I.5.3). Les caractéristiques cristallographiques des différentes phases du système fer-azote sont regroupées dans le (tableau I.5.1). La limite de solubilité de l'azote dans la ferrite dans l'intervalle des températures de nitruration les plus utilisées (400-580°C) est très faible ($< 0,1\text{m. \%}$). Dès que cette limite de solubilité est dépassée, il y a formation de nitrures de fer γ' ou ϵ suivant la fraction massique d'azote [19].

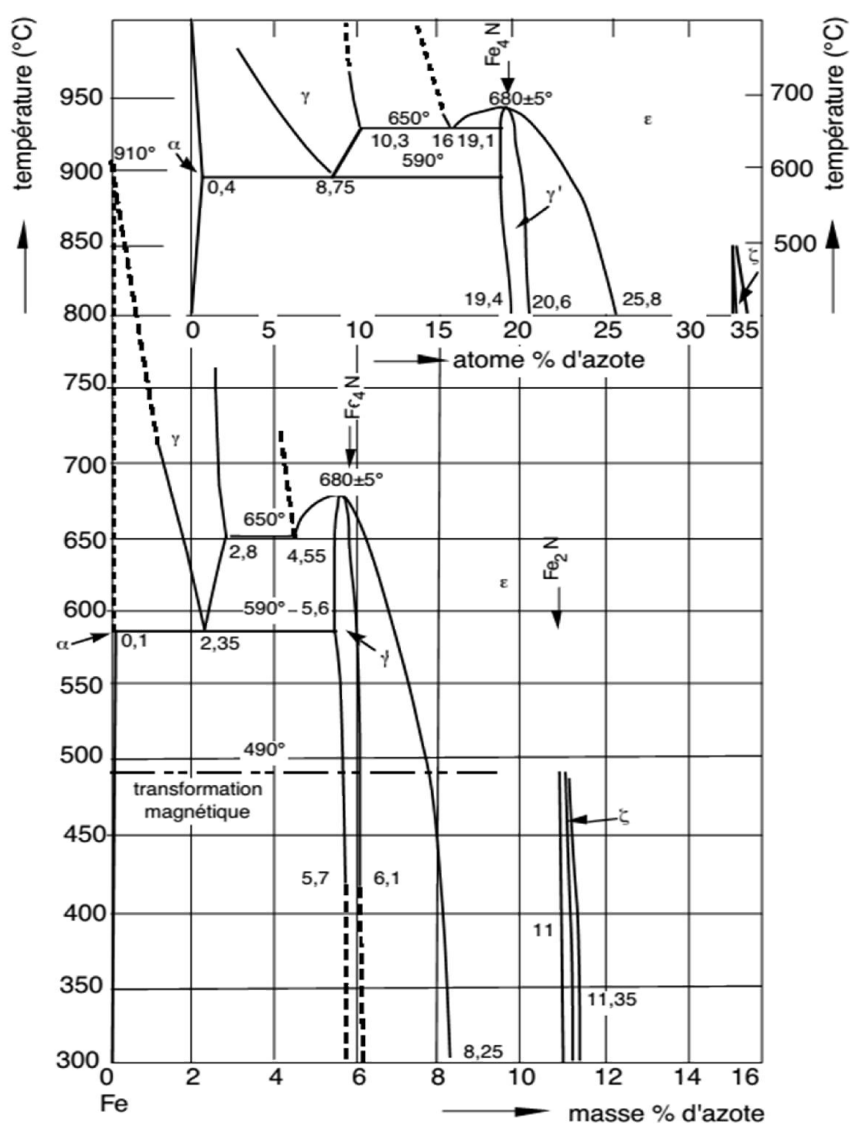


Figure I.5.3 Diagramme binaire fer-azote [19].

Phases	Structure cristalline			Paramètres cristallins à 20°C (nm)	Teneur (m.% N)
Symbole de Pearson	Type	Groupe spatial			
α ou ferrite à l'azote	cI2	W (CC)	Im3m	0,2866 0,28648 (0,11 m.% N)	0,10% à 590°C 0,003% à 200°C
γ	cF4	Cu (CFC)	Fm3m	0,361 (1,42 m.% N) 0,365 (2,76 m.% N)	
γ' (Fe ₄ N)	cF8	NaCl	Fm3m	$0,37988 + 42,92.10^{-4} (m.\%N - 5,9)$ [14]	max. 5,75% à T<500°C min. 5,3% à T=500°C
ε (Fe ₂₋₃ N)	hP4	AsNi	P6 ₃ /mmc	a=0,442; c=0,437 a=0,441; c=0,448	(7,25) (10,75)

Tableau I.5.1: Caractéristiques cristallographiques des différentes phases du système fer azote.

I.5.3.6 Avantage:

- Faibles variations dimensionnelles
- Bonnes propriétés mécaniques: dureté, frottement, fatigue
- Bonne résistance à la corrosion atmosphérique

I.5.3.7 Inconvénients:

- Faible profondeur durcie (généralement de 0.1 à 0.5mm):
- Traitement assez long: jusqu'à 100 heures
- Faible résistance au choc

I.5.4 La carbonitruration

Il s'agit d'un traitement mixte qui s'effectue par adjonction d'ammoniac à l'atmosphère de cémentation. Le phénomène principal est la carburation, associée à la nitruration qui intervient pour provoquer un durcissement, ainsi on obtient un complément de protection contre l'usure et la corrosion [15].

I.5.5 Boruration

La boruration est un procédé de diffusion thermochimique. La surface d'une pièce est enrichie en bore à des températures de traitements entre environ 800 et 1000°C. En conséquence directe se forment des couches homogènes de borures.

La dureté élevée, mais également la structure particulière de la couche, produisent une résistance à l'usure extraordinaire.

La boruration provoque une augmentation du volume, qui correspond à environ 25 à 30% de l'épaisseur de la couche. C'est pourquoi, lors du traitement de pièces terminées, il faut les avoir construites légèrement plus petites. La profondeur de rugosité obtenue est d'environ 4 µm.

Après boruration, un polissage au diamant ou au métal dur est possible.

Pour éviter un écaillage, les angles et arêtes doivent avoir un rayon qui soit au moins égal à l'épaisseur de la couche. Afin de réduire les variations dimensionnelles et les déformations des pièces fortement sollicitées, il est préférable d'effectuer un recuit de détente avant la finition.

En raison de la bonne tenue en température des couches de borure, les pièces de construction peuvent être trempées ou subir une trempe-revenu après boruration. Ce qui permet d'obtenir des pièces avec d'une part une bonne résistance et d'autre part une bonne rigidité. Les aciers de cémentation peuvent être enrichis en carbone pour améliorer l'adhésion de la couche de borures, puis bourrés et enfin trempés. En plus de la résistance élevée de la surface, le comportement ductile à cœur est préservé.

Les propriétés principales des couches de borures sont:

- Valeurs de dureté élevées:
- Alliages ferreux : 1600 à 2100 HV
- Alliages à base de nickel : 2800 HV
- Titane : jusqu'à 4000 HV
- Adhérence optimale
- Faible tendance à la soudure à froid
- Coefficients de dilatation comparables pour tous les alliages ferreux
- Bonne résistance à la température

L'épaisseur de la couche peut être réglée pendant la durée du traitement. Elle varie de 5 à 10 μm pour des pièces de construction, où il faut diminuer la tendance à la soudure à froid, jusqu'à des valeurs de 300 μm pour les pièces, où une diminution de l'usure est demandée. Le choix du matériau en dépendra. Généralement, l'épaisseur de la couche atteignable diminue si le taux d'alliage augmente [20].

I.5.5.1 Techniques de Boruration

I.5.5.1.a) Boruration en milieu gazeux

La boruration en milieu gazeux s'effectue par la décomposition ou la dissociation thermique des composés gazeux de bore. Les composés les plus utilisés dans ces procédés sont le diborane (B_2H_6), les halogénures de bore (BF_3 , BCl_3 ,...), et les composés organiques du bore [$(\text{CH}_3)_3\text{B}$, $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{B}$,...]

I.5.5.1.b) Boruration en milieu liquide

Dans un milieu liquide la libération de bore qui se dirige vers la surface de la pièce traitée nécessite la réduction chimique du composé porteur de bore.

Les sels utilisés dans les traitements de boruration conduisent à des couches borures très épaisses et de bonne qualité de surface.

I.5.5.1.c) Boruration en milieu solide

On entend par solide : poudre ou pâte ; la boruration dans les poudres est la technique la plus utilisée actuellement en raison de sa simplicité et de la propreté des pièces qu'elle produit. Cette technique consiste à emballer les pièces à traiter dans des caisses en acier remplies de poudre de boruration, puis chauffer ces pièces dans des fours à moufle.

Les pâtes sont utilisées pour la boruration de grosses pièces qui sont difficiles à traiter avec la technique des poudres, et surtout utilisée pour la boruration partielle. Les pièces à borures sont couvertes de pâte de boruration puis chauffé par induction ou effet Joule.

Les pâtes de boruration se composent de deux constituants : un constituant solide contenant une source riche en bore (carbures de bore, Ferro bore, ou bore amorphe), un activateur (cryolite ou fluobore) et un diluant inerte (alumine ou carbures de silicium), et un constituant liquide qui est un liant de nature organique (méthyle cellulose ou nitrocellulose dissoute dans l'acétate de butyle).

CHAPITRE II

II- Matériaux et Techniques expérimentales

II.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous exposerons les différentes techniques expérimentales et de caractérisation utilisées dans ce travail. Nous aborderons le principe de fonctionnement et le mode opératoire de chaque appareillage ainsi que les paramètres d'expériences.

II.2 Matériau utilisé

Dans notre étude, nous avons utilisé un acier inoxydable à durcissement par précipitation de nuance 17-7 ph a été fourni sous forme de tôle par Air Algérie.

L'acier 17-7 ph appartenant à la famille d'aciers inoxydables à durcissement par précipitation semi austénitique, qui est fréquemment utilisé dans la construction aéronautique.

II.2.1 Composition chimique

Le matériau utilisé dans cette étude, est l'acier inoxydable à durcissement par précipitation de nuance 17-7 ph. Sa composition chimique est représentée dans le **Tableau II.1**

L'analyse chimique des matériaux a été faite au niveau de la base centrale logistique de Beni Merad –Blida (B.C.L) :

Composition chimique (%)			
Chrome (Cr)	Nickel (Ni)	Aluminium (Al)	Carbone (C)
16.16	6.90	0.92	0.114

Tableau II.1 Composition chimique de l'acier inoxydable 17-7 ph.

II.2.2 Applications

L'acier inoxydable 17-7 PH est principalement utilisé pour des applications nécessitant une résistance à la corrosion, une bonne résistance et les propriétés mécaniques jusqu'à 427 ° C (800 ° F) en fonctionnement. Il est aussi couramment utilisé pour des pièces complexes en raison de sa faible distorsion dans le traitement thermique. L'acier inoxydable 17-7 PH trouve utilisations dans les domaines suivants:

- Variété des ressorts et des rondelles
- un équipement de traitement chimique
- Les échangeurs de chaleur
- chaudières électriques
- tubes de la surchauffeur
- Les composants utilisés dans des conditions haute résistance / haute température

II.3 Préparation des échantillons et de creuset

II.3.1 Découpage

L'acier 17-7 ph a été fourni sous forme de tôle, Ce dernier a été découpé à l'aide d'une guillotine (**Figure II.1**), Qui se trouve dans l'atelier de soudage du département de mécanique de l'université Saad Dahlab de Blida, pour fournir Des petits échantillons de forme carré utilisés dans notre étude. Les échantillons utilisés ont une longueur de 20 mm et une largeur de 20 mm et une épaisseur de 2 mm (**Figure II.2**).



Figure II.1 Guillotine.

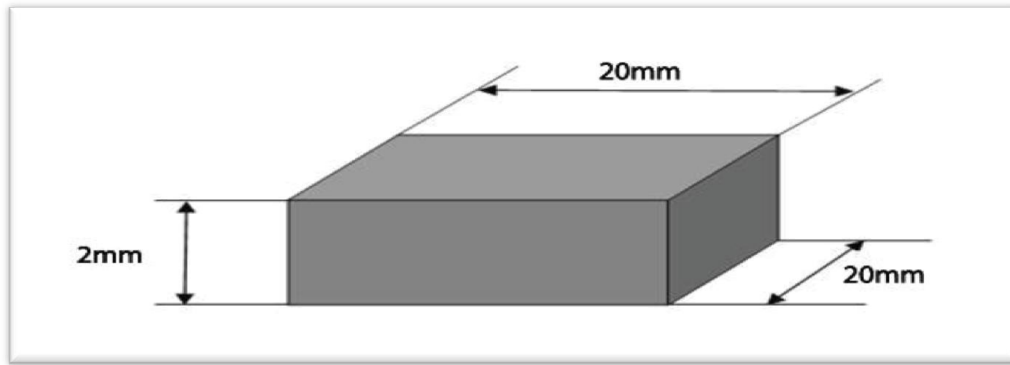


Figure II.2 l'échantillon utilisé dans notre étude et leurs dimensions.

II.3.2 Fabrication de creuset

Pour les traitements de nitruration et cémentation on est nécessite d'utiliser un creuset pour réaliser l'expérience.

Le dispositif de traitements est un creuset cylindrique muni d'un bouchon. Il est réalisé en acier 310L par tournage. Son schéma est représenté sur la **Figure II.3**

La fabrication du creuset à été réalisés au niveau d'atelier d'usinage du département de mécanique de l'université Saad Dahlab de Blida, par le doctorant [Mr ABED Mohamed Abdelhakim].



Figure II.3 Le creuset utilisé pour les traitements thermochimiques.

II.4 Traitement thermique

Tous les traitements (thermique ou thermochimique) ont été réalisés au niveau de laboratoire SDM de département de mécanique, de l'université Saad Dahlab de Blida.

Tous ces échantillons ont été traités thermiquement dans un four électrique à moufle de modèle « NABERTHERM » (**Figure II.4**), d'une température max de 1100°C.



Figure II.4 Four électrique, modèle « NABERTHERM ».

II.4.1 Traitement de mise en solution

Deux pièces ont été traitées thermiquement à une température d'austinitisation 1100 °C, avec un temps de maintien de 40 min.

- suivi d'une trempe pour la pièce (1) à l'air
- suivi d'une trempe pour la pièce (2) à l'eau.

II.4.2 Traitement de durcissement

Le traitement de durcissement a été réalisé d'après le cycle suivant :

- **Traitement n°1** : deux pièces ont été traitées thermiquement à une température d'austinitisation 1100 °C, avec un temps de Maintien de 40 min, suivi d'une trempe à l'air pour les deux pièces.

- **Traitement n°2** : un chauffage à une température de 800 °C, avec maintien de 1h pour les deux pièces.
 - suivi d'une trempe pour la pièce (1) à l'air.
 - suivi d'une trempe pour la pièce (2) à l'eau.
- **Traitement n°3** : un revenu qui consiste un chauffage à une température 550 °C, avec maintien de durée 2,5 h.
 - suivi d'un refroidissement à l'air pour les deux pièces.

II.5 Traitements thermochimique de nitruration et de cémentation

II.5.1 Principe de la technique des poudres

En raison de sa simplicité et la propreté des pièces obtenues, la nitruration et la cémentation solides en poudres est la plus utilisée dans le domaine industriel. Ce procédé consiste à emballer les pièces à traiter dans des creusets ou des caisses...etc. en acier contenant le mélange de poudres, puis à les chauffer dans des fours à moufles.

L'opération consiste à placer l'échantillon au milieu du mélange de poudre dans un creuset comme représentée sur la **Figure II.5** Afin de limiter l'oxydation par pénétration d'oxygène, nous avons disposé sous le bouchon une couche d'argile.

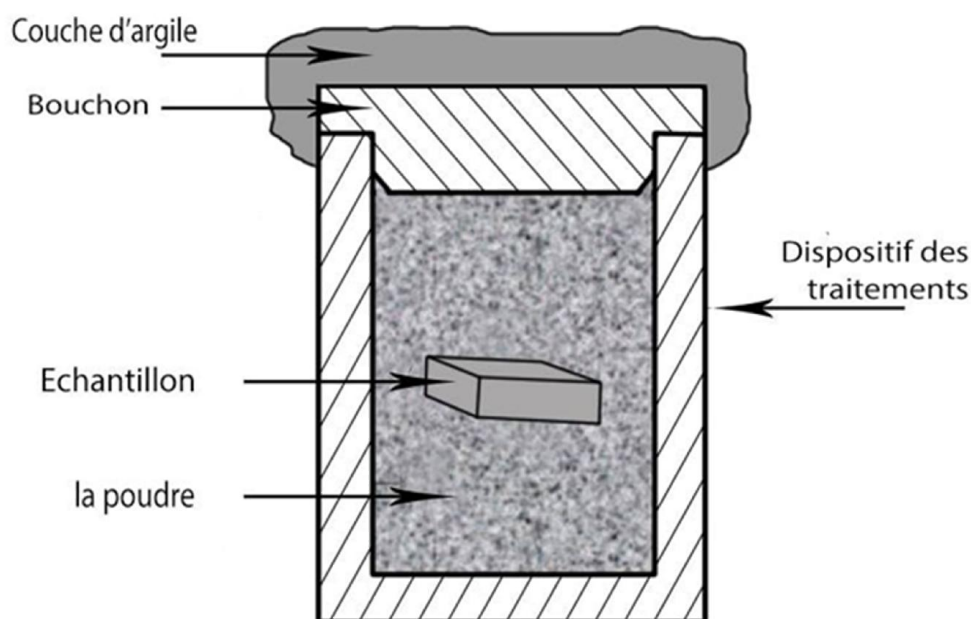


Figure II.5 Principe d'un traitement thermochimique solide (poudre).

II.5.2 Traitements de nitruration

Ce traitement thermochimique de nitruration est effectué en utilisant une poudre de bore-azote (Figure II.6).



Figure II.6 La poudre de bore-azote solide utilisée pour la nitruration.

L'échantillon est introduit dans le creuset en acier inoxydable contenant la poudre de Bore-Azote (B-N). L'échantillon en acier inoxydable à durcissement par précipitation **17-7 ph** ont subi un traitement de nitruration solide à une température de 550°C avec un temps de maintien de 8h.

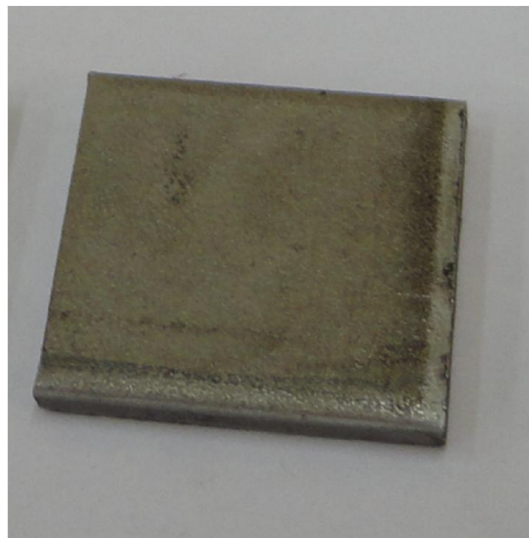


Figure II.7 Echantillon brute.

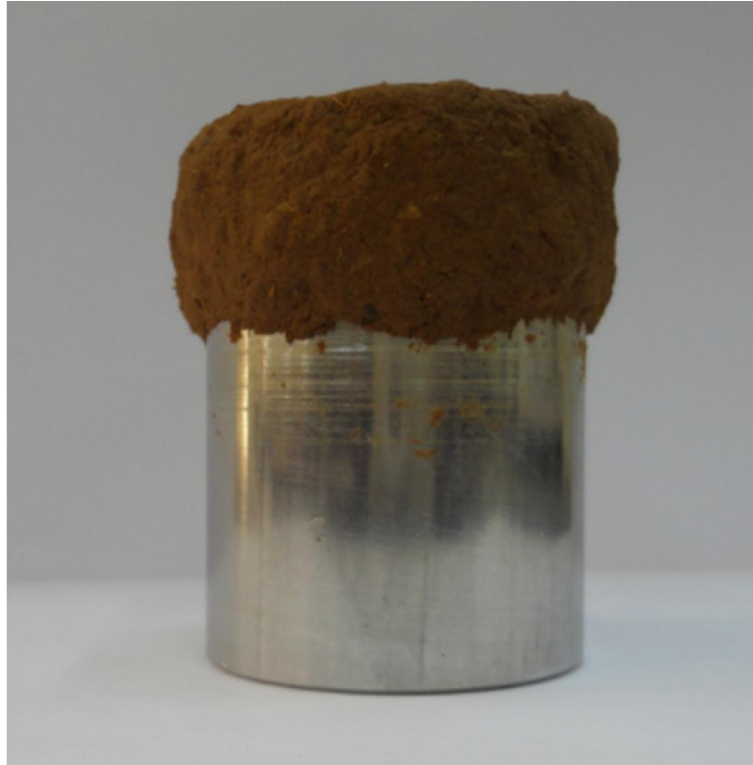


Figure II.8 creuset avec une couche d'argile avant de traitement de la nitruration.



Figure II.09 creuset ouverte après le traitement de nitruration.

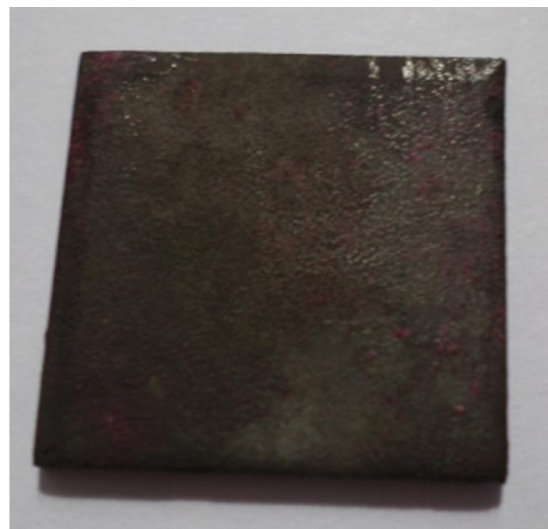


Figure II.10 La pièce nitrurée.

II.5.3 Traitements de cémentation

Ce traitement thermochimique de cémentation est effectué en utilisant une pâte de ciment (Figure II.11).



Figure II.11 ciment utilisée pour la cémentation.

L'échantillon est introduit dans un creuset en acier inoxydable 310L contenant une poudre de ciment. L'échantillon en acier inoxydable à durcissement par précipitation **17-7 ph** ont subi un traitement de cémentation solide à une température de 1100°C avec un temps de maintien de 8h.



Figure II.12 creuset avec une couche d'argile avant de traitement de la cémentation.

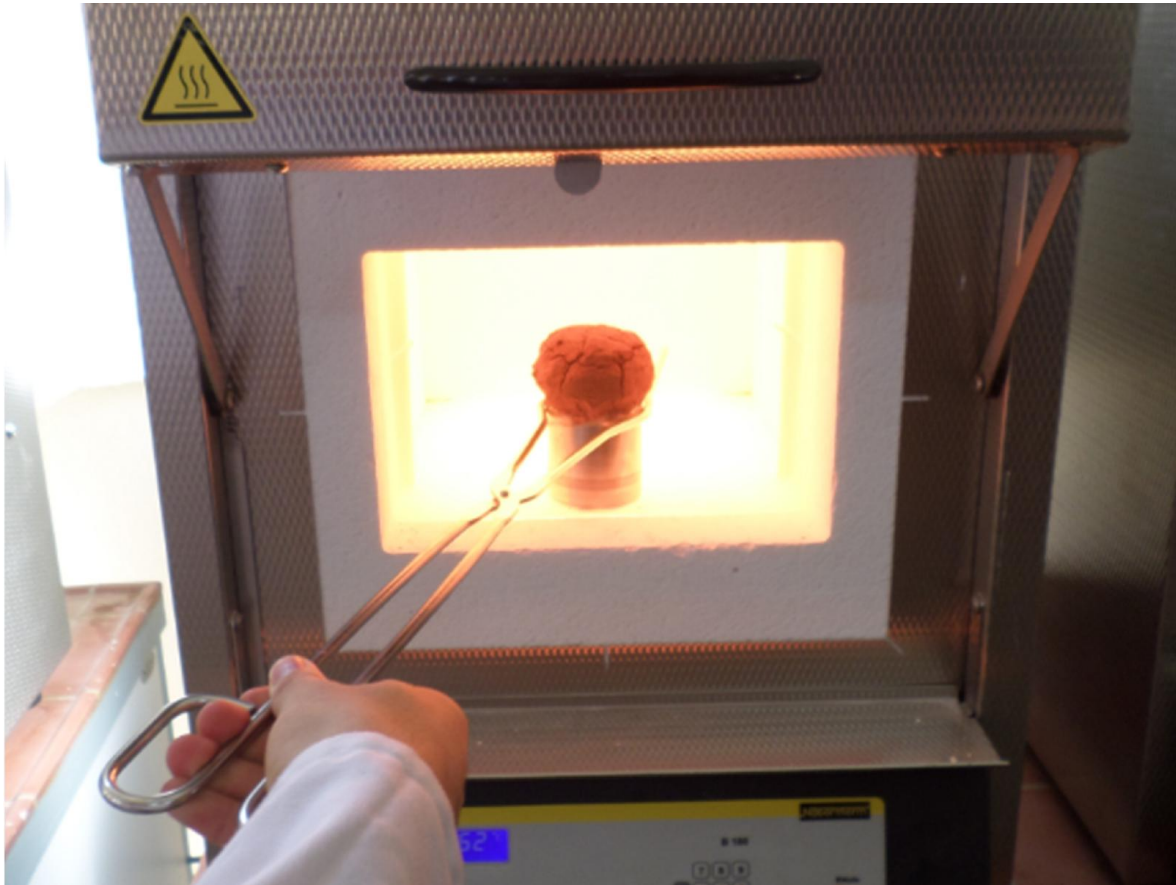


Figure II.13 creuset dans le four au cours de traitement de la cémentation.

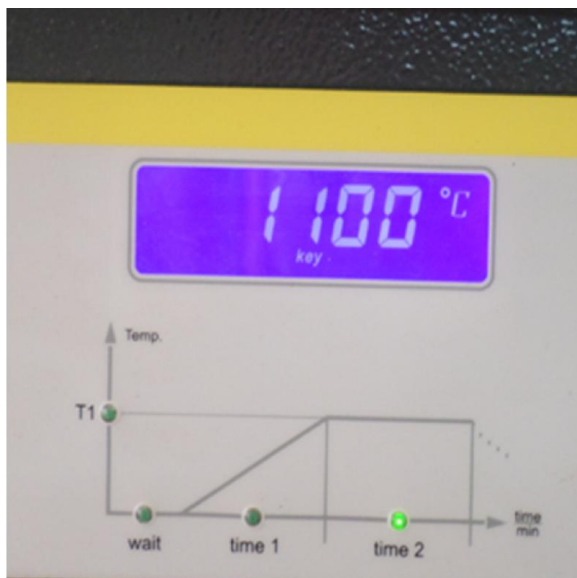


Figure II.14 Température de traitement de cémentation.



Figure II.15 Four après 8h de traitement de cémentation.



Figure II.16 creuset ouverte après le traitement de cémentation.

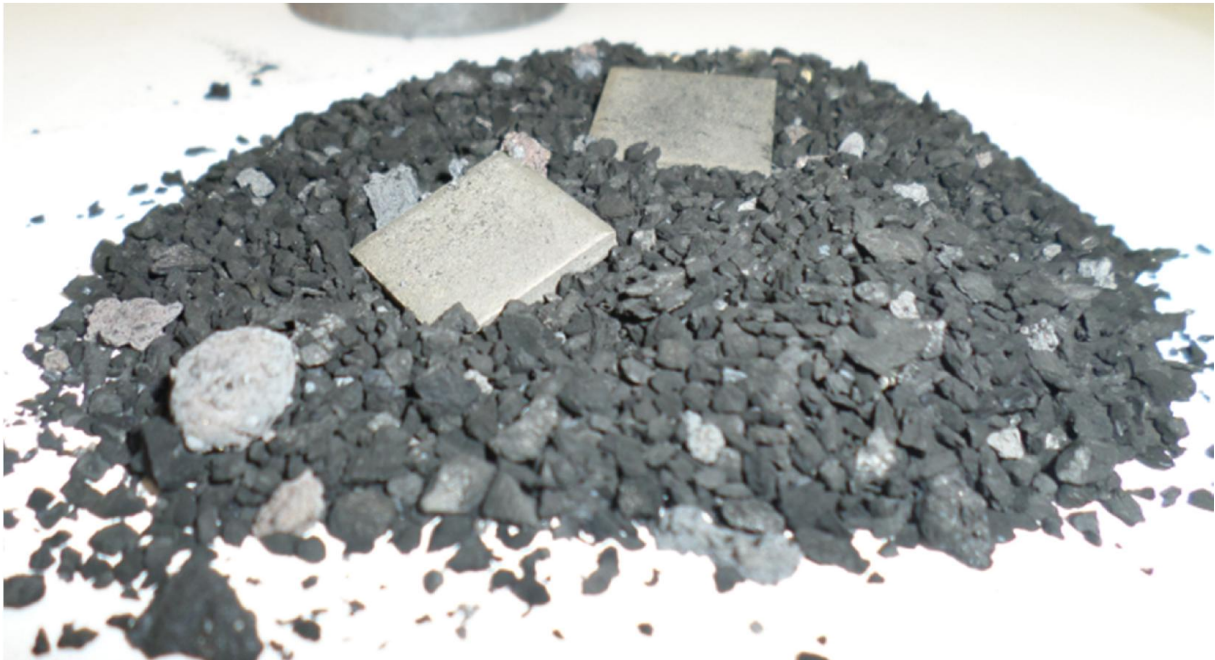


Figure II.17 Pièces et la poudre obtenus après le traitement de cémentation.

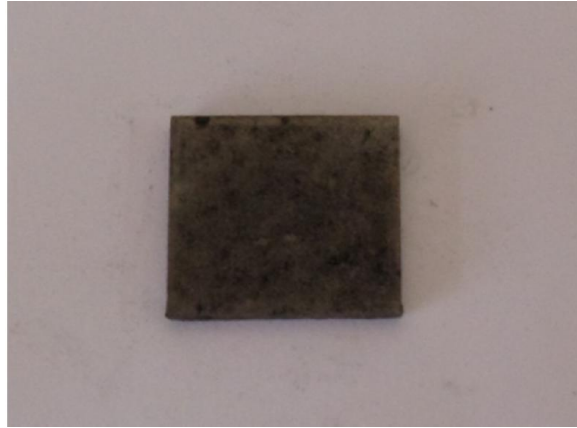


Figure II.18 La pièce cémentée.

II.5.3.1 La trempe

De plus, on peut ainsi, dans la plupart des cas, effectuer le traitement de durcissement par trempe martensitique directement à partir de la température de cémentation

Le but de ce double traitement, diffusion et durcissement par trempe, est d'obtenir à la surface de l'acier une couche de 0,3 à 2 mm d'épaisseur à haute teneur en carbone, ayant une structure essentiellement martensitique de grande dureté.

Le traitement de trempe consiste un chauffage une température d'austinisation de 1100 °C, avec maintien de durée 30 min, suivi d'un refroidissement rapide à l'eau.

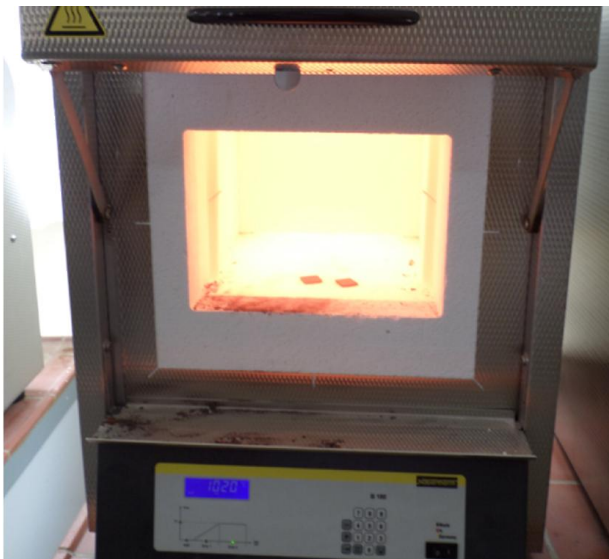


Figure II.19 les pièces dans le four au cours de traitement thermique de la trempe.



Figure II.20 La pièce trempée.

II.5.3.2 Le revenu

La trempe présentant des contraintes résiduelles de compression élevées, L'acier trempé souvent très dure qu'il n'est nécessaire, et généralement trop fragile. Pour pouvoir être mise en service, il nécessite de suivi d'un revenu qui consiste en un chauffage au-dessus à AC₁ (550 °C) avec maintien de durée 4h, suivi d'un refroidissement à l'air.

Le revenu réalise un compromis entre deux exigences contradictoires :

Diminution de la fragilité et haute dureté. Il augmente l'allongement et surtout la résilience; mais il diminue la dureté, la limite élastique et la résistance à la traction.

Lors du revenu, le chauffage effectué à un double effet. Il tend à réaliser l'équilibre physico-chimique (ferrite + cémentite).

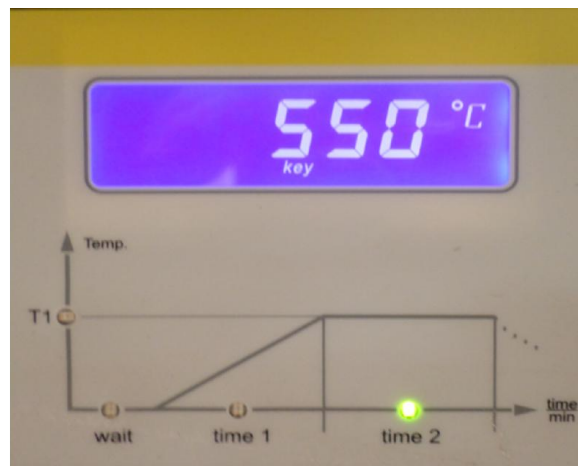


Figure II.21 Température de traitement de revenu.



Figure II.22 pièces au cours de traitement de revenu.

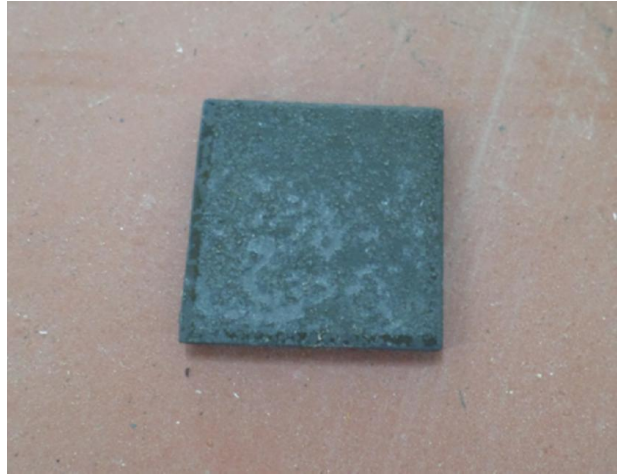


Figure II.23 La pièce obtenue après le de traitement thermique de revenu.

II.6 Préparation métallographiques

Le but de cette préparation est de faire étudier l'épaisseur de la couche crée sur la surface après le traitement et la structure interne du matériau, et pour nous visualiser la microstructure à l'aide d'un microscope optique.

Toutes c'est étapes de la Préparation métallographiques ont été réalisés au niveau de laboratoire SDM de département de mécanique, de l'université Saad Dahlab de Blida.

Elle composée de plusieurs étapes :

II.6.1 L'enrobage

Le but de l'enrobage est de facilite la manipulation des échantillons, avec une résine de matière thermodurcissable.

L'enrobage permet de limiter les effets de bords pendant l'étape de polissage. Le choix d'une résine adaptée à la dureté du matériau à polir rendra possible l'examen de la périphérie de l'échantillon.



Figure II.24 Enrobeuse.

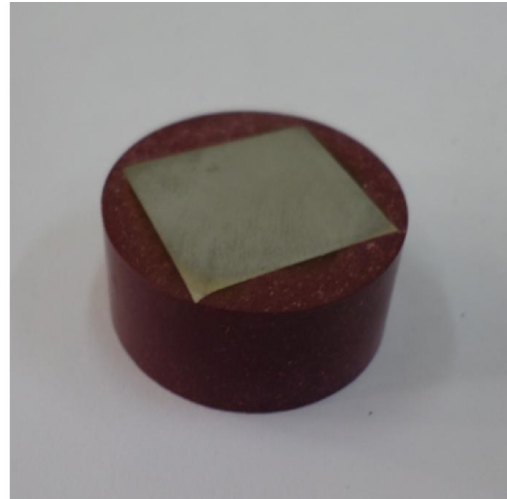


Figure II.25 Échantillon enrobé.

II.6.2 Le polissage

Les échantillons ont subi un cycle de polissage réalisé sur une polisseuse de type Metasinx sur lequel est collé un papier abrasif. Le polissage est réalisé sous lubrification continue (jet d'eau) pour éviter tout échauffement local suite au frottement, en utilisant des papiers abrasifs de différentes granulométries : **280-400-600-800-1000-1200-2400-4000**. Les papiers ont été utilisés successivement dans l'ordre croissant de la granulométrie en prenant soin de tourner l'échantillon de 90° afin d'éliminer les rayures laissées par le polissage précédent. Pour la finition, nous avons utilisé une suspension d'alumine Al_2O_3 dispersée sur un disque en feutre comprimé figure II.26.



Figure II.26 Polisseuse de finition.



Figure II.27 Polisseuse.

II.7 Attaque chimique

Afin de ses étapes de la préparation métallographie est nécessaire de faire une attaque chimique des échantillons pour mettre en évidence la structure de ces derniers, les paramètres utilisés sont résumés dans le tableau III.32

Composition de la solution	Temps
6,25 ml de HNO_3 12,5 ml de HCl 0,25 g de CuCl_2	De 5 à 10s

Tableau II.2 Les paramètres utilisés pendant l'attaque chimique.

II.8 Microscopie optique

Elle sert pour observer la microstructure du notre échantillon. Le microscope optique, utilisé dans notre travail, est un microscope optique de type « NIKON éclipse lv100 » (Figure II.28) avec un grossissement de (50-1500), Les photographiés des microstructures obtenues a été effectuée au moyen d'une caméra du microscope et reliée à un ordinateur.

L'observation microscopique des matériaux a été faite au niveau de centre de soudage et control de Cheraga-Alger (C.S.C).

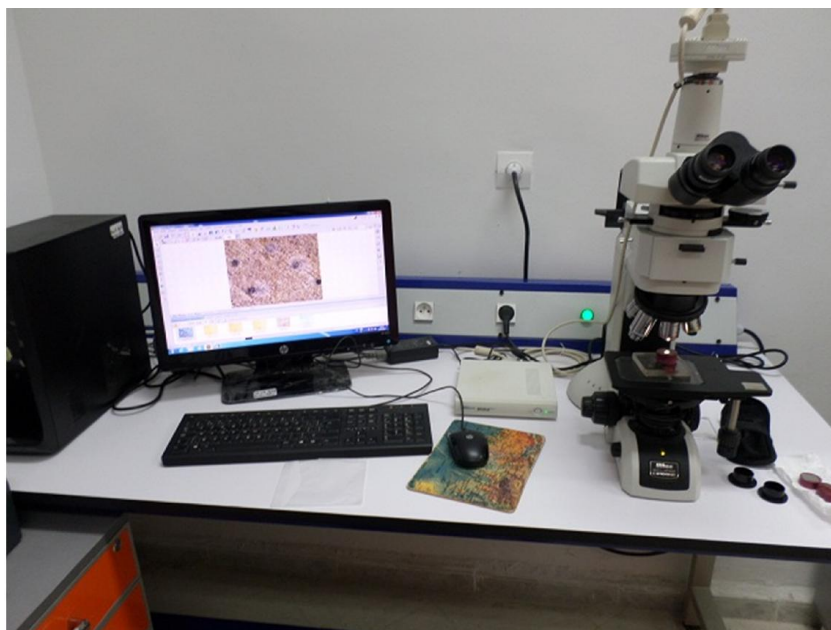


Figure II.28 Microscope optique de type « NIKON éclipse »

II.9 Essai de microdureté

Les mesures de microdureté sont effectuées à l'aide de microduromètre Vickers de type (Micromet3 ; Buehler) sous une charge de 500g. Cet appareil, équipé d'un microscope optique de marque matsu zawa (japon) avec un agrandissement (x200), permet de visualiser l'empreinte laissée par le pénétrateur de géométrie pyramidale à base carré.

Une mesure automatique du diamètre de la diagonale du pénétrateur permet d'accéder à la valeur de la microdureté sous une charge d'essai donnée. Les profils de microdureté sont obtenus sur le long d'une direction normale à la surface et sur une section droite de l'échantillon.

Le pénétrateur est une pyramide en diamant, à base carrée et d'angle au sommet entre faces opposés égal à 136° (figure II.29). L'empreinte est une pyramide en creux de diagonale moyenne d_1 (en mm, moyenne des deux diagonales du carré de base, mesuré à l'aide d'un appareil optique approprié). La charge d'essai F (en gramme) est choisie dans une gamme normalisée. La dureté est donnée par le rapport de F (en Kg-force à l'origine) à la surface latérale de l'empreinte pyramidale, exprimée par l'équation :

$$HV = \frac{0.102 \times 2F \sin(136/2)}{d_1^2} = \frac{0.189F}{d_1^2}$$

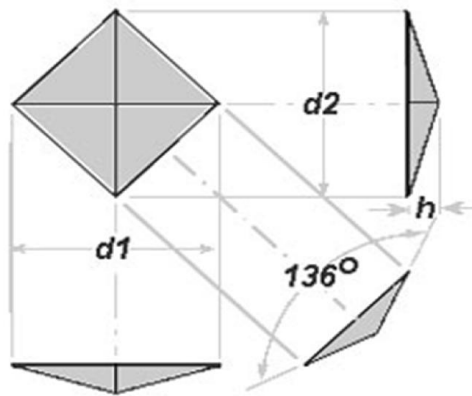


Figure II.29 Pénétrateur utilisé lors de l'essai de microdureté Vickers et la vue de dessus.

Les mesures de microdureté sont effectuées au niveau de centre de soudage et control de Cheraga-Alger (C.S.C).



Figure II.30 Microduromètre.

II.10 Essai de dureté

La dureté est un paramètre permettant de caractériser les matériaux. La machine de mesure de la dureté est présentée dans la figure III.32. De type Vickers de marque INNOVATEST (NEMESIS 9000) dont le poids varie entre 10 et 150 kg.

L'essai de dureté VICKERS consiste à imprimer sur la surface de la pièce un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée d'angle au sommet de 136° sous une charge F et à mesurer la diagonale d de l'empreinte laissée après suppression de la charge. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées. Cet essai est le plus précis et permet de tester des pièces fines. La surface doit être rectifiée ou polie.

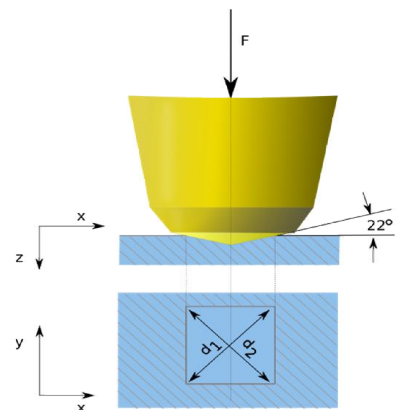


Figure III.31 l'empreinte de dureté.

$$HV \cong 0,189 \cdot \frac{F}{d^2}$$

HV = Dureté Vickers

F = Force appliquée [N]

d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]

Le degré de dureté noté Hv.

Les mesures de microdureté sont effectuées au niveau de centre de soudage et control de Cheraga-Alger (C.S.C). La force utilisée est de 10kg.



Figure III.32 Machine de mesure de la dureté.

II.11 Essais d'usure

Le test Pion-sur-disque est une technique couramment utilisée pour étudier l'usure. Comme son nom l'indique, un tel appareil se compose essentiellement d'un "pion" en contact avec un disque rotatif. Soit le pion ou le disque peuvent être l'éprouvette d'intérêt. La surface de contact de la broche peut être plate, sphérique, ou, quelconque, de n'importe quelle géométrie.

Dans un essai pion-sur-disque, le coefficient de frottement est contrôlé au fur et à mesure que l'usure se produit, la matière enlevée est déterminée par pesée. Les Changements dans le coefficient de frottement sont souvent le signe d'un changement de mécanisme d'usure, même si des changements sont souvent observés au cours des premières phases de tests d'usure avant que les conditions d'équilibre ne s'établissent. Les principales variables qui influent sur le frottement et l'usure sont la vitesse et la charge.



Figure II.33 Pion sur disque.

On serre l'échantillon dans le mandrin, et on lance le moteur pour le faire tourner à vitesse constante, puis on pose le pion sur le disque avec une charge totale, $M=75g$, et on commence à chronométrer, pendant 5, 10, 15, 20 et 25 min, on arrête la machine, on pèse l'échantillon à l'aide d'une balance de précision (Figure II.34). Le test Pion-sur-disque a été réalisé au niveau de laboratoire LTSM, du département de génie mécanique, de l'université Saad Dahlab de Blida.



Figure II.34 Balance de précision utilisée dans le test d'usure.

Chapitre III

III- Résultats et interprétation

III.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats des traitements thermochimiques (Nitruration et Cémentation) menées au cours de ce travail et leur interprétation.

III.2 Analyse métallographique

III.2.1 Microstructure a l'état brute

La microstructure suivant c'est de notre acier inoxydable 17-7 à l'état brut, comme le montre la figure III.1

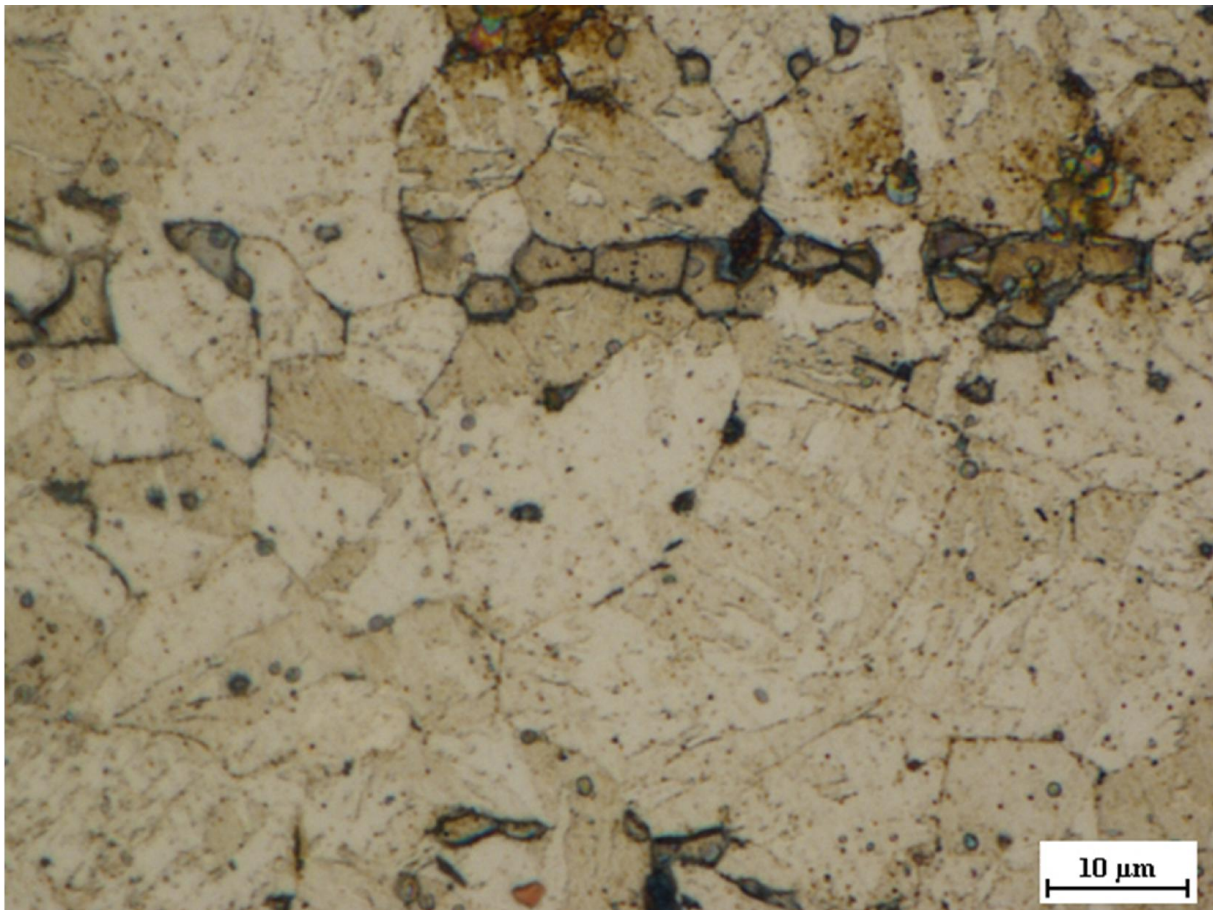


Figure III.1 Microstructure de l'acier inoxydable 17-7 brut (X1000).

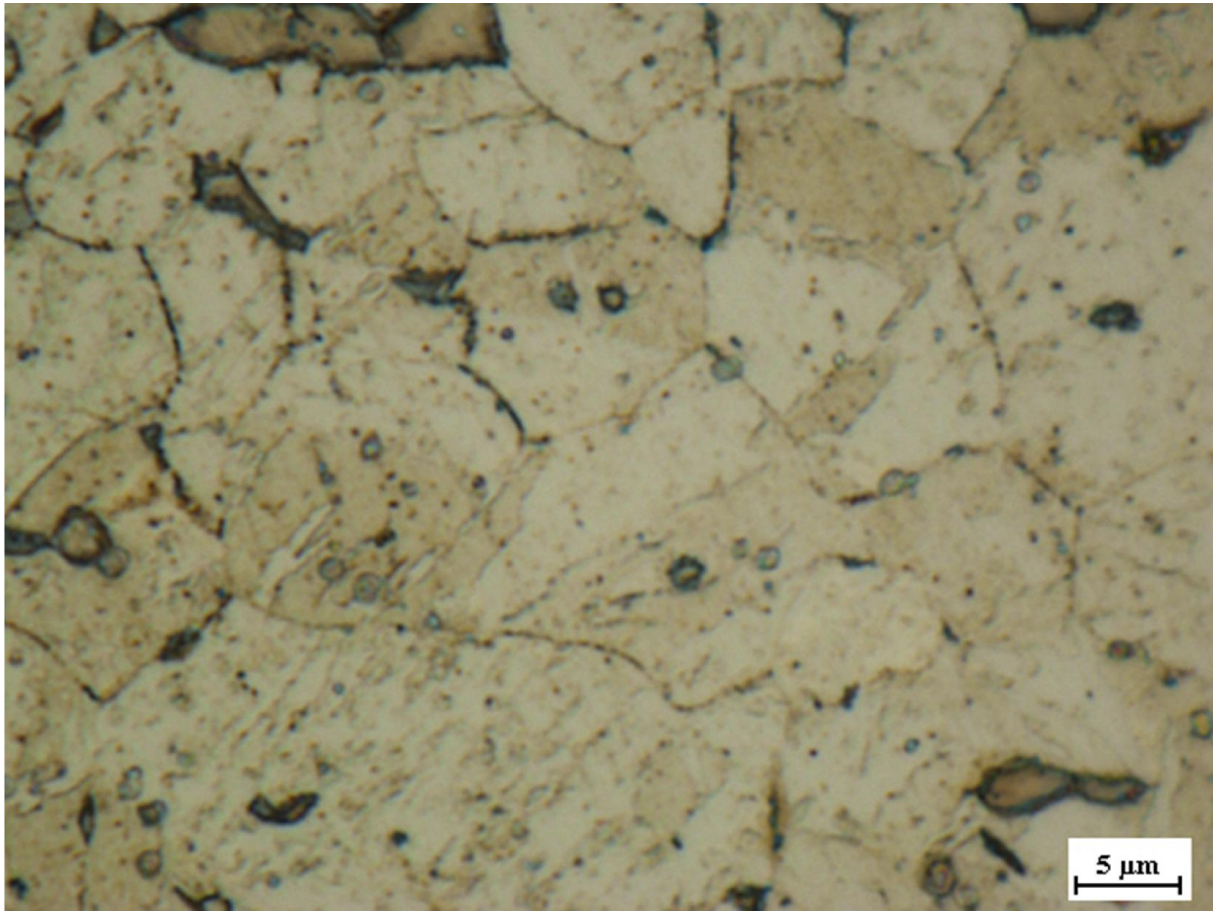


Figure III.2 Microstructure de l'acier inoxydable 17-7 brut (X1500).

III.2.2 Microstructure de nitruration

La structure de notre acier après traitement thermochimique de nitruration est constituée de deux zones, comme le montre la figure III.3

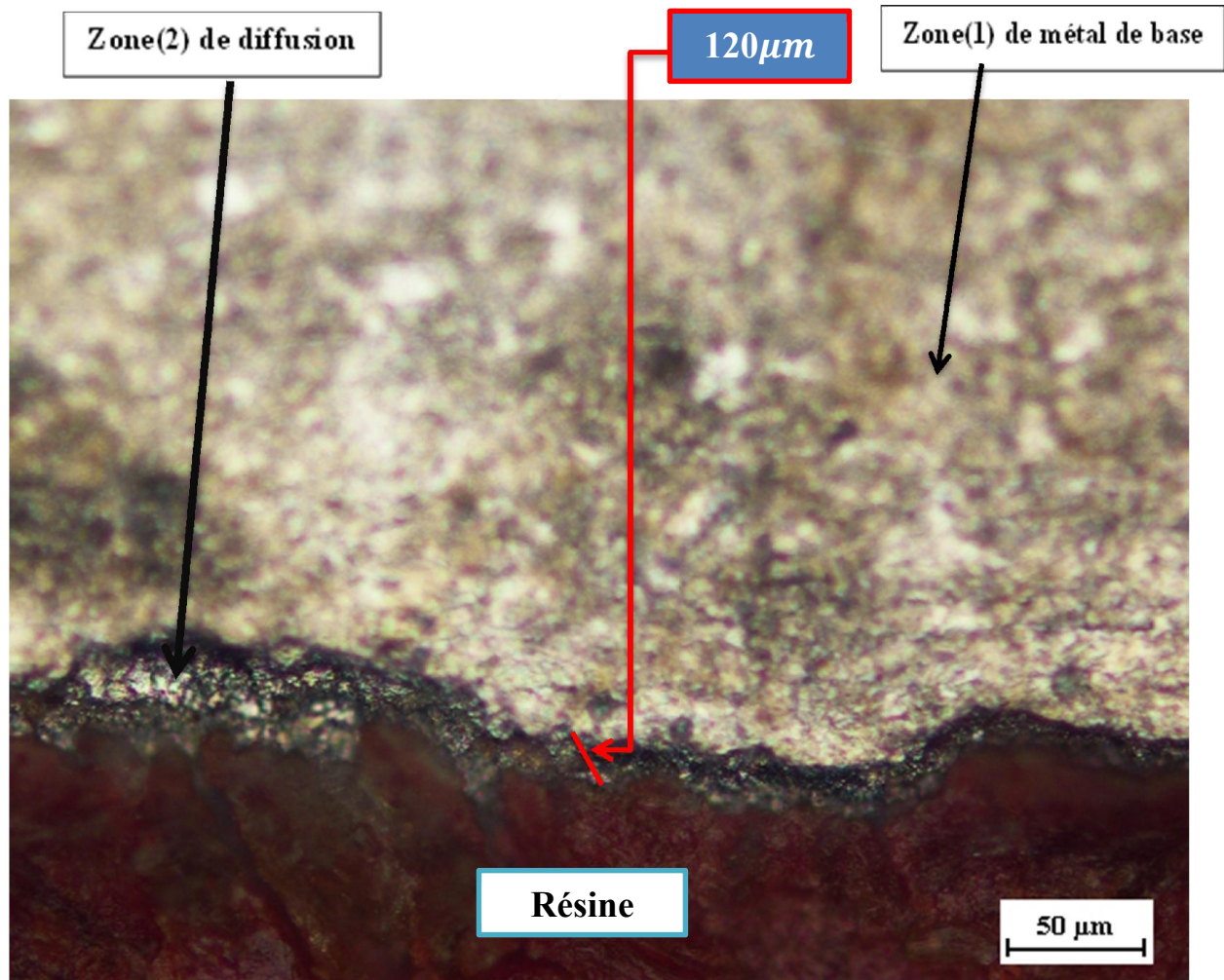


Figure III.3 Micrographie de la couche de l'échantillon nitruré (X200).

Dans cet échantillon on remarque la couche nitruré qu'elle a une épaisseur de $120\mu m$ ($0.12mm$). Ces deux zones sont :

- Zone (1) : est la zone qui représente le métal de base (acier 17-7 Ph), ou zone de cœur qui correspond au substrat.
- Zone (2) : est la zone de diffusion d'azote qui apparaît en noire après l'attaque chimique, a été révélée à l'aide d'une solution de : 6,25 ml de HNO_3 + 12.5 ml de HCl + 0,25 g de $CuCl_2$,

III.2.2.1 La formation des phases nitrurée

Les phases Fe_2N et Fe_3N qui sont caractérisées d'après les essais de micro dureté. Les phases Fe_2N et Fe_3N se trouvent sur les extrémités de la couche comme le montre la figure III.4

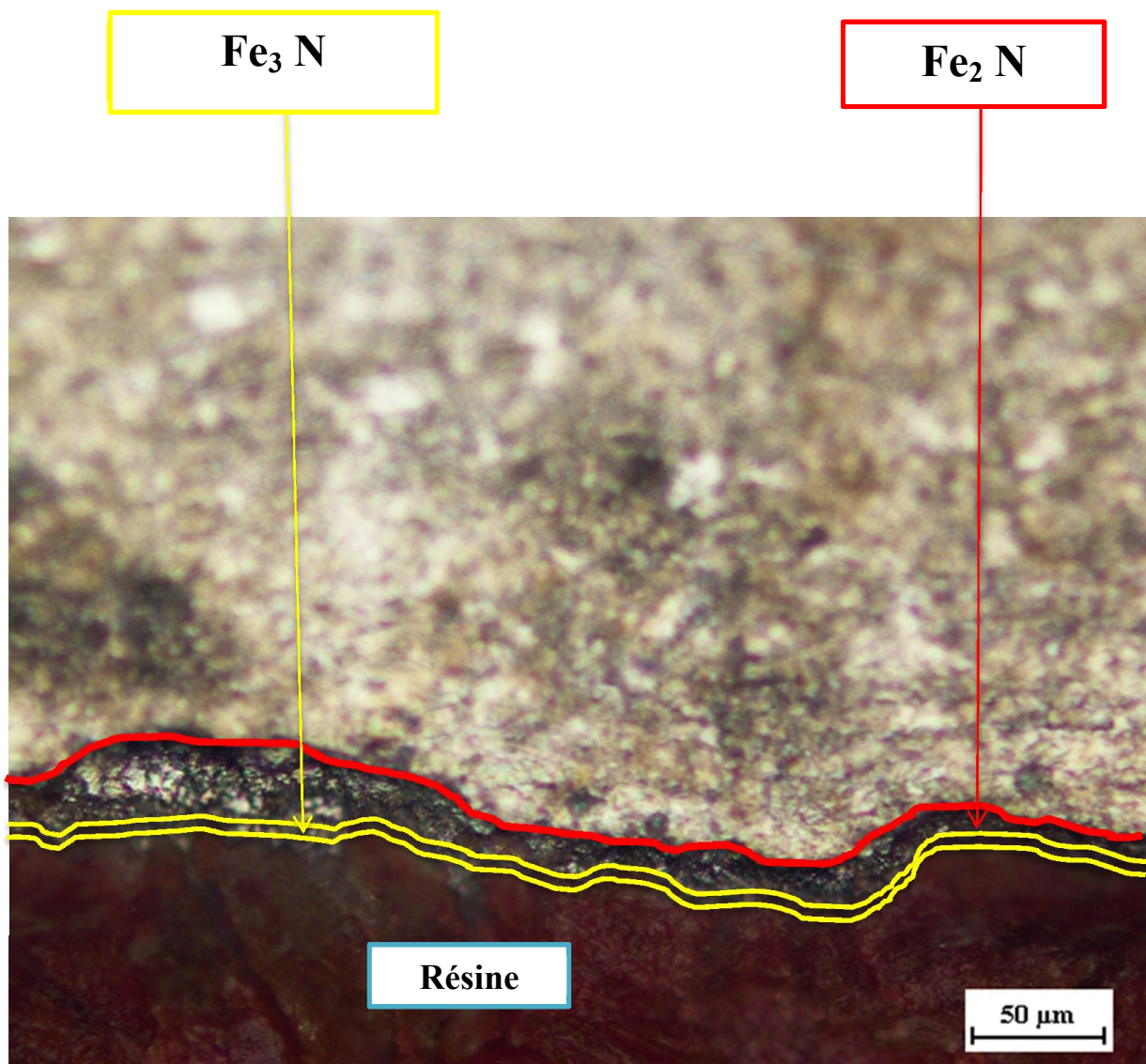


Figure III.4 Micrographie des phases de la couche superficielle de l'échantillon nitruré (X200) (Fe_2N , Fe_3N).

La micrographie optique montre l'existence d'une couche nitrurée

- La couche de combinaison (Fe_3N) pour cet acier est d'une épaisseur allant de jusqu'à $30\mu\text{m}$
- Sous la couche de combinaison, existe une zone, c'est la zone de diffusion (Fe_2N), son épaisseur égale vers $90\mu\text{m}$.
- Enfin, le métal de base apparaît sous la zone de diffusion, la différence de l'épaisseur conventionnelle obtenue par les profils de microdureté.

III.2.3 Microstructure de cémentation

La microstructure suivant c'est de notre acier inoxydable 17-7 après traitement de cémentation, comme le montre la figure III.5

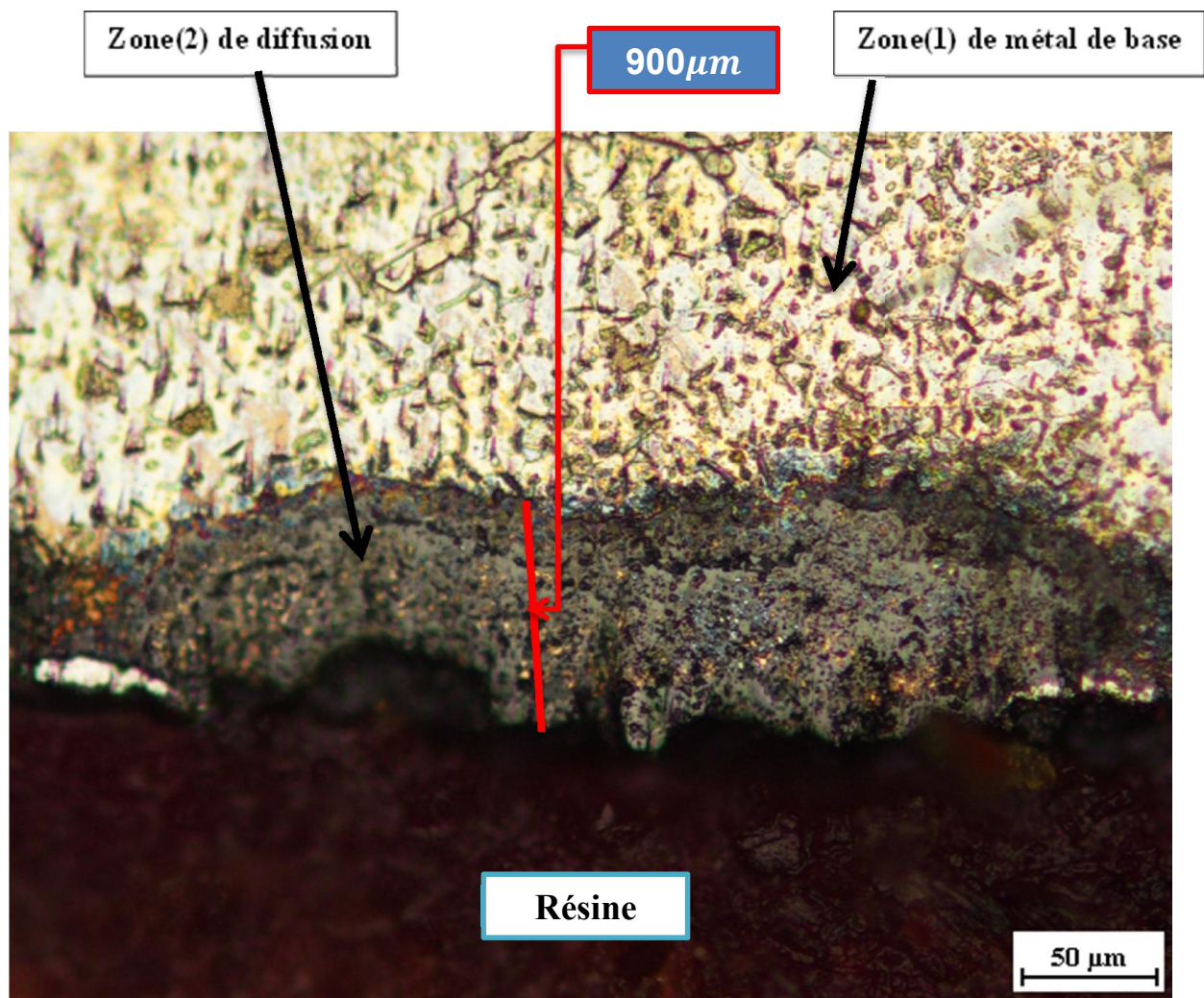


Figure III.5 Micrographie de l'échantillon cémenté (X200).

Dans cet échantillon on remarque la couche cémentée qu'elle a une épaisseur de $900\mu\text{m}$ (0.9mm). Ces deux zones sont :

- Zone (1) : est la zone qui représente le métal de base (acier 17-7 Ph), ou zone de cœur qui correspond au substrat.
- Zone (2) : est la zone de diffusion d'azote qui apparaît en noire après l'attaque chimique, a été révélée à l'aide d'une solution de : $6,25\text{ ml de HNO}_3 + 12.5\text{ ml de HCl} + 0,25\text{ g de CuCl}_2$,

III.2.3.1 La formation des phases cémentées

La figure suivante représente la coupe métallographique de l'acier 17-7 Ph qui a subi un traitement de cémentation.

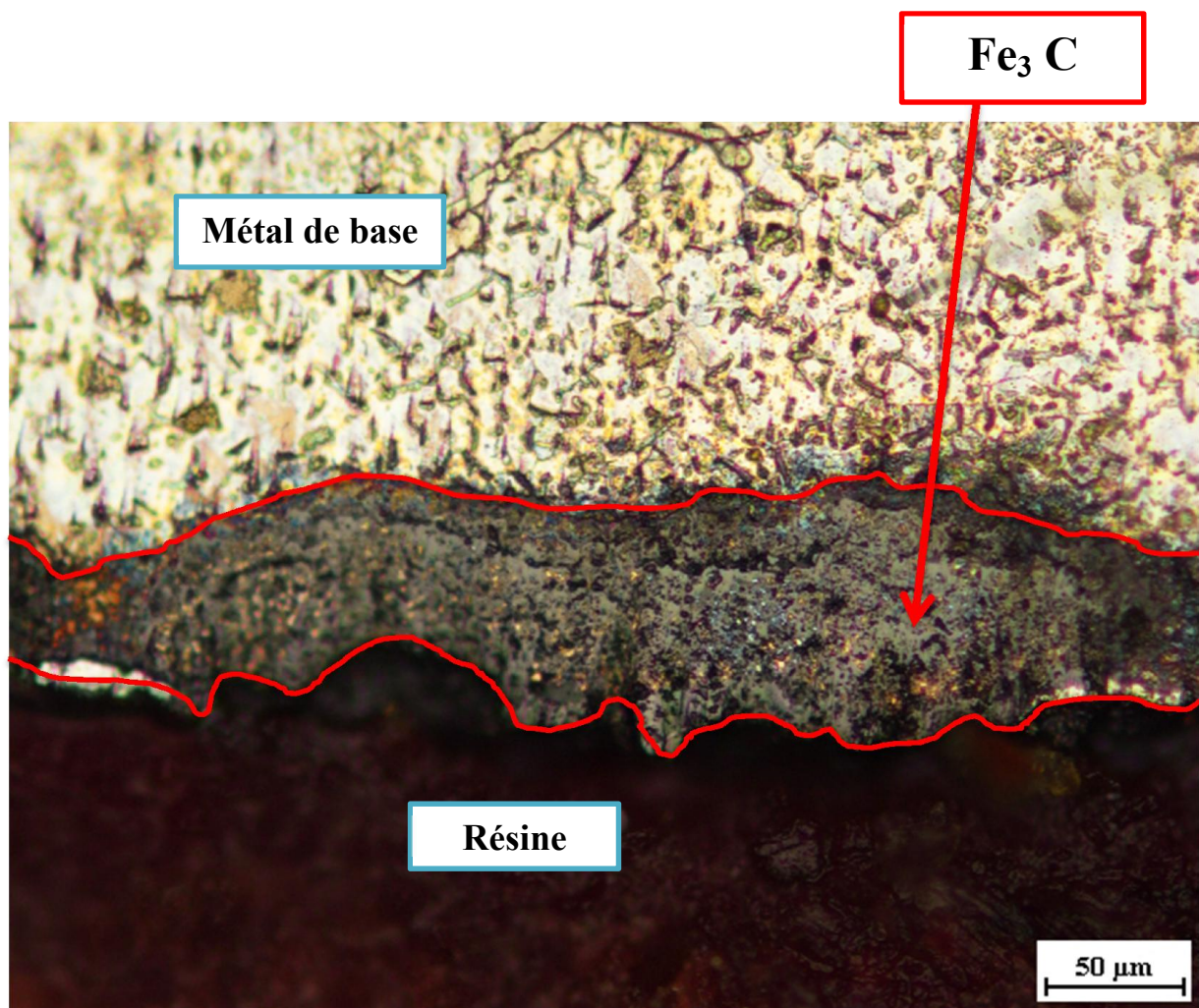


Figure III.6 Micrographie des phases de la couche superficielle cémentée.

III.3 Les résultats dureté du traitement thermique

Chaque échantillon est placé sur le support. La charge appliquée est égale à 10kgf. Pour chaque échantillon, 3 empreintes sont réalisées, donnant ainsi 3 mesures de la dureté Vickers. La moyenne et l'écart-type ont été calculés pour chaque échantillon. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau III.1

Traitements	Brute	mise en solution EAU	mise en solution AIR	durcissement EAU	durcissement AIR
1	179	153.2	169.6	469	432
2	178	152.4	165.6	467	420.5
3	181.2	152.8	161.8	466.9	447.1
Dureté Hv Moyenne	179.4	152.8	165.66	467.63	433.2

Tableau III.1 Les duretés obtenues après différents types traitements.

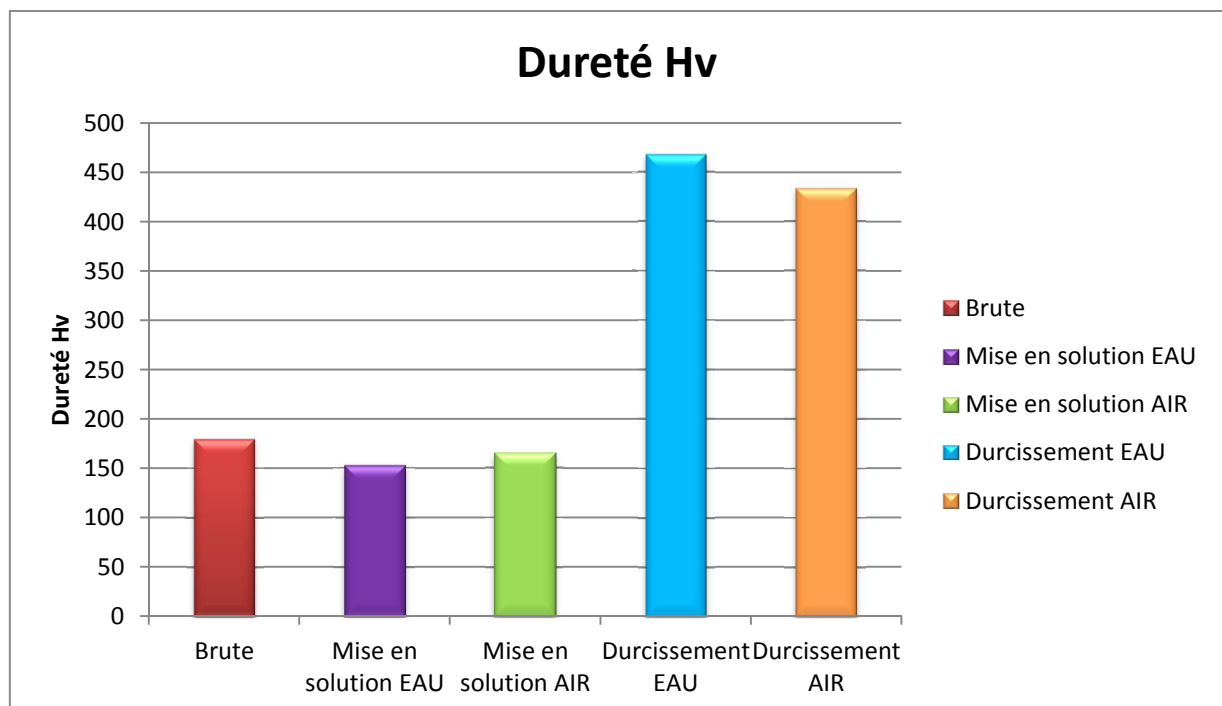


Figure III.7 Histogramme montre les résultats dureté des différents types traitements.

D'après l'histogramme Figure III.7 on remarque qu'il y a une évolution de la dureté des pièces subites d'un traitement de durcissement par rapport à la pièce brute à cause du changement de la microstructure par création de la martensite et des obstacles sous forme des précipités, ce dernier gêne le mouvement de la dislocation Ceci qui provoque l'augmentation de la dureté. C'est-à-dire nous avons une réalisation du phénomène de durcissement structural par précipitations.

III.4 L'analyse de la micro dureté

Echantillon	Epaisseur	Micro dureté (Hv)
Nitruré	25	1052
	40	865
	80	583
	110	425
	210	282
cémenté	100	803
	250	763
	500	653
	850	428
	1200	252

Tableau III.2 La micro dureté en fonction d'épaisseur des échantillons.

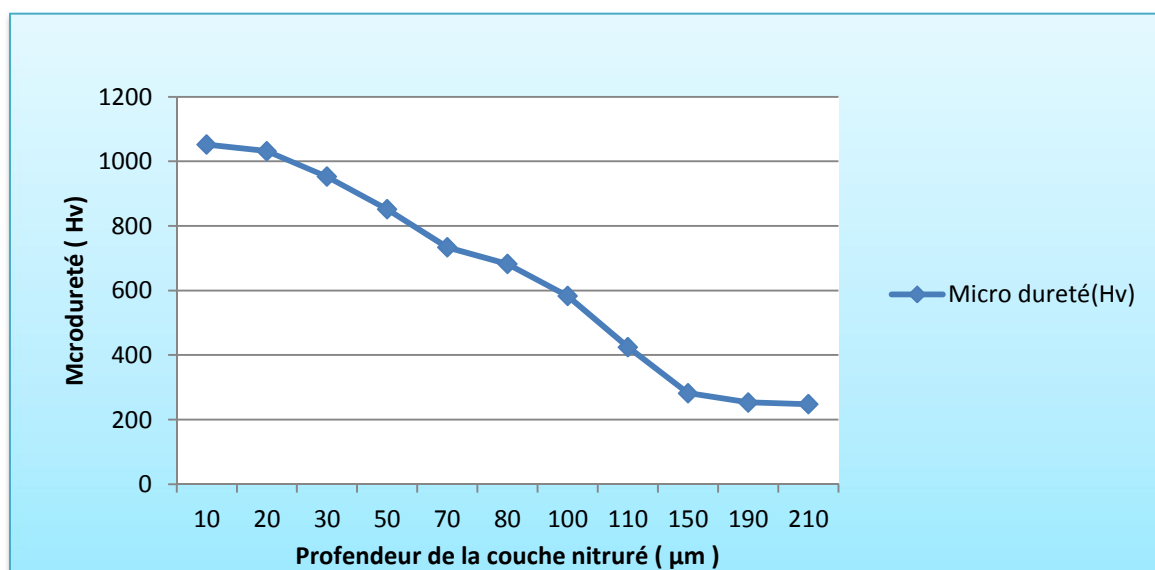


Figure III.8 Profile de la micro dureté de la pièce nitruré.

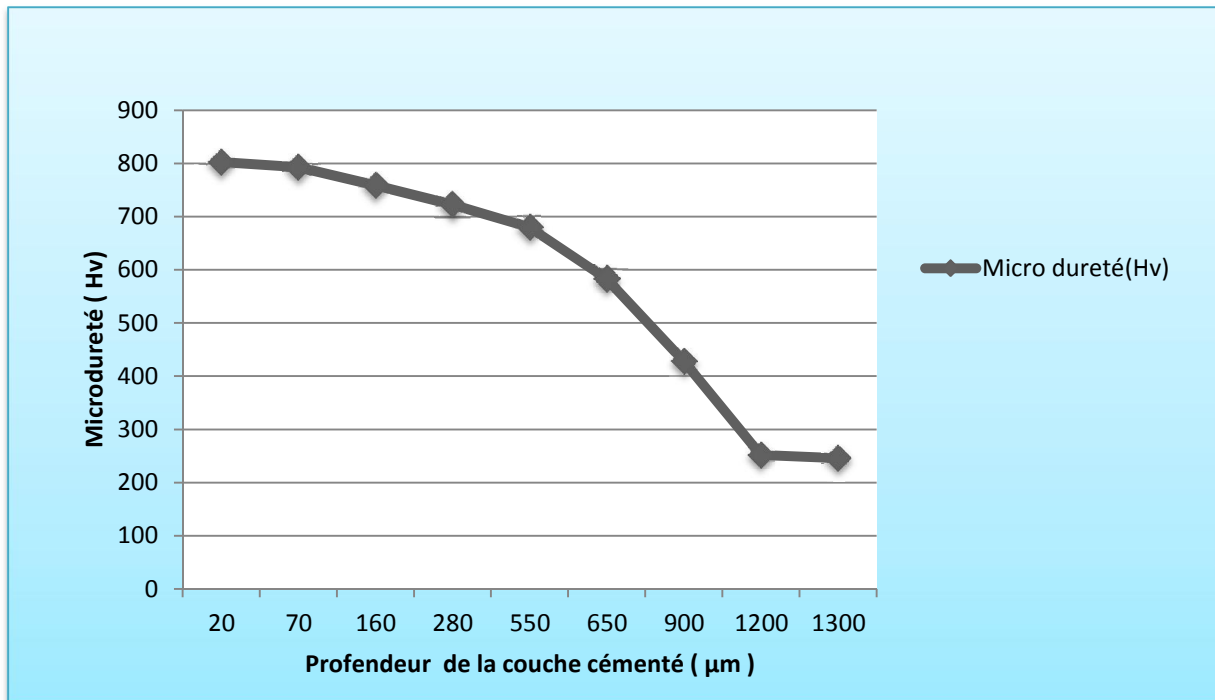


Figure III.9 Profile de la micro dureté de la pièce cimentée.

Les deux traitements mis, ont permis d'obtenir des couches de diffusion de structures différentes.

- Pour la couche cimentée on a obtenu une couche de $900\mu m$ d'épaisseur et d'une micro dureté de 803Hv cette micro dureté diminue au fur et à mesure qu'on s'éloigne de la surface jusqu'à une valeur de 252Hv qui représente la micro dureté du métal de base.
- Pour la couche nitrurée on a obtenu une couche de $120\mu m$ d'épaisseur et une micro dureté de 1052 Hv pour la phase $Fe_3 N$ qui chute brusquement à 865 Hv du fait du passage de la phase $Fe_3 N$ à la phase $Fe_2 N$ cette micro dureté continue de baisser progressivement jusqu'à 282 Hv qui représente la micro dureté du cœur (métal de base).

III.5 Résultats resistance a l'usure

Temps(min)	Perte de masse (10^{-4} g)		
	Brute	Nitruré	cémenté
5	14	5	9
10	21	9	13
15	32	17	24
20	44	23	30
25	51	29	36

Tableau III.3 Perte de masse en fonction du temps.

III.5.1 Paramètres tribologiques

Charge = 75g

V : la vitesse de disque = 120 tour/min

R : rayon de cercle d'usure = 7.5 mm

Pion du WC (carbure tungstène) avec un diamètre = 6 mm

Nombre de cycle = $(V * t_{\min}) = N$

P : Périmètre de cercle = $2\pi R = 47.1238$ mm

D : Distance parcourir = $P * N$

Temps(min)	N	P (mm)	D (mm)	D (m)
5	600	47,1238	28274,28	28,27428
10	1200	47,1238	56548,56	56,54856
15	1800	47,1238	84822,84	84,82284
20	2400	47,1238	113097,12	113,09712
25	3000	47,1238	141371,4	141,3714

Tableau III.4 Distance parcourir.

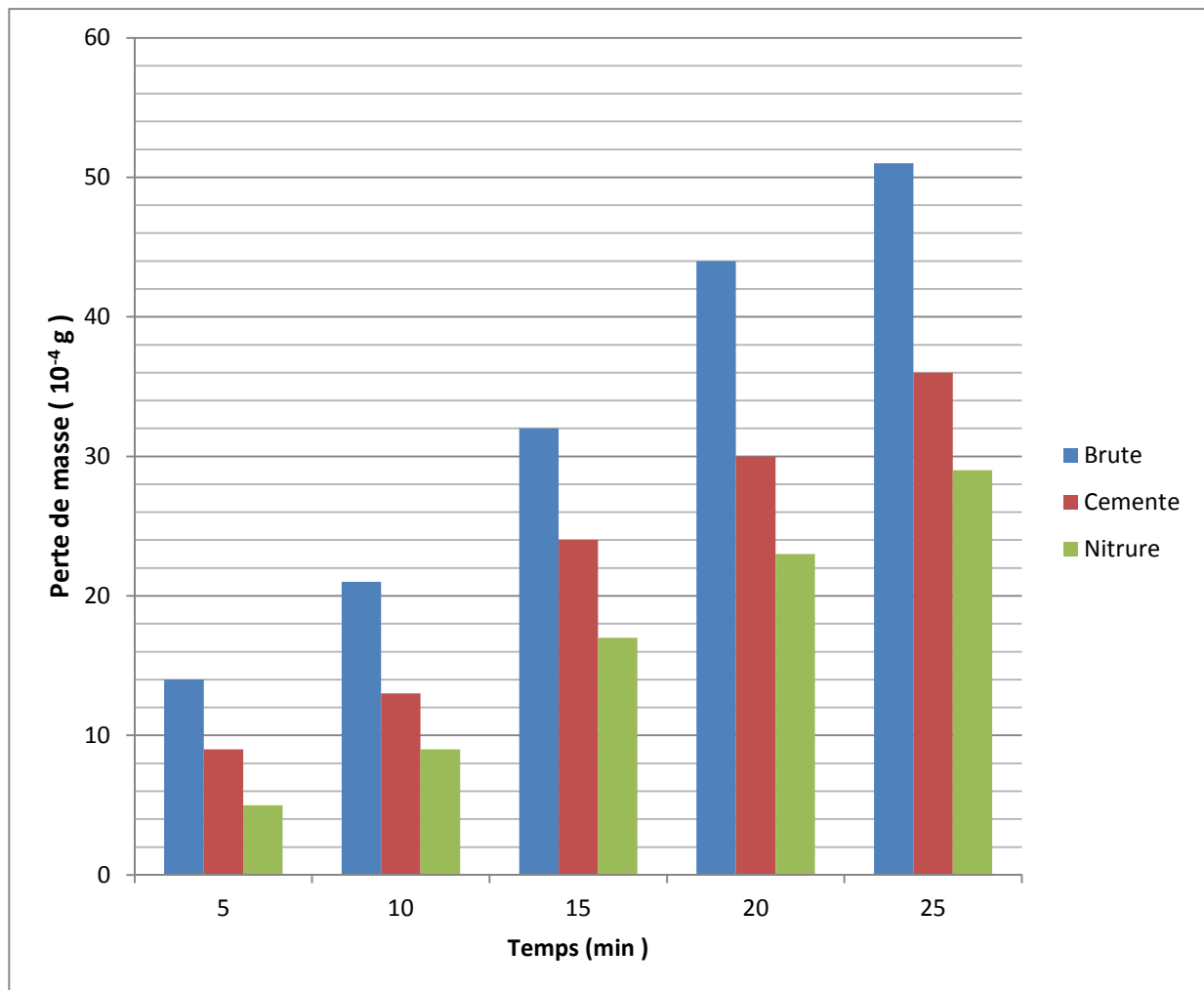


Figure III.10 Histogramme montre les résultats d'essais d'usure.

La première remarque c'est que les pièces traitées donnent de bonnes résistances à l'usure par rapport à la pièce brute. D'autre part, d'après leur perte de masse, le traitement de nituration est le mieux résistant à l'usure par rapport à l'autre traitement de cémentation.

L'évolution du taux d'usure en fonction du temps montre que l'usure est minimisée pour la pièce nitrurée qui résiste environ deux fois plus que la pièce cimentée, environ trois fois plus que l'échantillon brut.

Conclusion générale

Les aciers inoxydables sont largement utilisés dans l'industrie, pour la production et le transport de pétrole brut ou de gaz, dans l'industrie chimique, dans l'industrie nucléaire, dans le domaine maritime et dans la construction aéronautique...etc. Pour cela il faut assurer la plus grande durée de vie possible dans ses conditions d'emploi, pour un objectif technique et économique des industriels de tous les secteurs vont dans le sens de la réduction des coûts et de l'amélioration des performances.

Notre étude a montré que les traitements thermochimiques de l'acier inoxydable à durcissement par précipitation (semi-austénitique), permettent d'améliorer considérablement leurs propriétés tribologiques comme la résistance à l'usure, frottement...etc. Et améliorer aussi les propriétés mécaniques comme la dureté. D'après la formation d'une couche superficielle de carbures ou nitrures protectrice contre les effets extérieurs.

Les traitements thermochimiques les plus utilisés à des hautes températures comme la carbonitruration nécessite l'utilisation d'un équipement spécial, d'espace réservé et d'un personnel qualifié.

- La facilité de la mise en œuvre (un four électrique suffit pour le traitement + poudre), donc la possibilité de faire le traitement localement.
- Le traitement thermochimique de cémentation a donné une couche de diffusion de $900\mu m$ d'une micro dureté de 803Hv a la surface qui décroît en allant vers le cœur.
- Le traitement thermochimique de nitruration a donné une couche de diffusion de $120\mu m$ mais d'une micro dureté de 1052Hv a la surface de la pièce c'est à dire de 1.3 fois la micro dureté de la pièce cémentée et de cinq fois plus que la pièce brute.
- La résistance à l'usure de la pièce nitrurée est deux fois mieux que celle de la pièce cémentée et trois fois mieux que la pièce qui n'a subi aucun traitement, pour les mêmes conditions de travail
- Enfin reste à étudier le côté économique qu'on n'a pas pu réaliser.

Références bibliographiques

- [1] : Alain PRONER : Revêtements par projection thermique, Techniques de l'Ingénieur, dossier M1645, 10 sept 1999.
- [2] : Claude LEROUX : Traitements thermochimiques superficiels - Présentation et classification, Techniques de l'Ingénieur, dossier M1221, 10 sept 2011.
- [3] : A.Haddad & I.Hamadouche : Substitution du traitement de cémentation par le traitement de boruration d'une pièce en acier 20NC6, thèse de Master de l'université Saad Dahlab de Blida, 2012
- [4] : S. Bensaada & D. Feliachi : Technologie deuxième partie, juillet 2013.
- [5] : AMY Zahia : caractérisation de l'acier inoxydable X5CrNi18-10 et étude de son oxydation a température, thèse de magister de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2013.
- [6] : C. Pierre-Jean : Acier inoxydable, Critère de choix et structure, Techniques de l'Ingénieur, traité matériaux métalliques, Vol, MB4, dossier M4540, Paris (2000).
- [7] : Pierre-Jean CUNAT : Aciers inoxydables, Critères de choix et structure, Techniques de l'Ingénieur, M 1115.
- [8] : Jean VARRIOT : Chaudronnerie en aciers inoxydables, Techniques de l'Ingénieur, A 869.
- [9] : Laurent ANTONI & Alain GALERIE : Corrosion sèche des métaux, Techniques de l'Ingénieur, M 4224, 10 mars 2003.
- [10] : Dudognon Julien : Étude des modifications structurales induites par implantation ionique dans les aciers austénitiques, thèse de doctorat de l'université d'Orleans, Décembre 2006.
- [11]: Tick-Hon Yip: Cyclic Plasticity of 1 7-7 Precipitation-Hardenable Semi-Austenitic Stainless Steel, Thèse pour le grade de docteur en philosophie, de l'université de Toronto, 1998

- [12] : Lucy : Precipitation-hardening Stainless Steel : <http://www.articlesnatch.com/>
- [13] : Gene Mathers : Précipitation hardening stainless steels : <http://www.twi-global.com/>
- [14] : Charpentier Eric : Partie 8 Traitement Thermique, Université Joseph Fourier, <http://chamilo1.grenet.fr/>
- [15] : DJERIBAA ABDEL DJALIL : Influence des traitements surface sur les propriétés mécaniques, thèse de magister de l'université Mentouri - Constantine, 2007
- [16] : Métaux ferreux : aspect métallurgique : www.zpag.net/Tecnologies_Industrielles/Metaux_Ferreux.htm
- [17] : Jacques POMEY: Précontraintes et durcissements superficiels, Techniques de l'Ingénieur, M1180A, 10 juil. 1981.
- [18] : Pierre GUIRALDENQ : Diffusion dans les métaux, Techniques de l'Ingénieur, M55, 10 avr. 1994.
- [19] : LAURENT BARRALLIER : Genèse des contraintes résiduelles de nitruration. Étude expérimentale et modélisation, thèse de doctorat de Laboratoire MécaSurf, 18 mai 1992.
- [20] : BEN OMAR NESRINE : Caractérisation de l'acier 20NC6 après boruration, thèse d'ingénieur d'état en génie mécanique de l'université Saad Dahlab de Blida, 2012.
- [21] : Hervé SASSOULAS: Traitements thermiques des aciers inoxydables, Techniques de l'Ingénieur, dossier M1155, 10 mars 1997.
- [22] : Slunder, C. J, Hoenie, A. F, & Hall, A. M.: Thermal and Mechanical Treatment for Precipitation-Hardening Stainless Steels. NASA SP-5089, Techniques de l'Ingénieur, 1967NASSP5089.....S, Washington, January, 1967.