



**UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA 1**  
**FACULTE DE TECHNOLOGIE**  
**DEPARTEMENT DE MECANIQUE**

Projet de Fin d'Etudes  
Pour l'obtention du Diplôme de Master en  
INGENIERIE DES MATERIAUX ET DES SURFACES

Titre  
Nitruration solide et corrosion sèche de l'acier XC38

Proposé et encadré par :  
Abdelhalim BRAHIMI

Réalisé par :  
MAGRI EL OUADJERI TAREK  
SAOUDI Abdelhamid

**Année universitaire 2019/2020**

## ملخص

هذه دراسة أكاديمية عن التآكل الجاف لفولاذ من نوع xc38 عند درجة حرارة عالية (900 درجة مئوية) مدة 24 ساعة وذلك بعد معالجة حرارية و كيميائية (نتررة) . حيث تم معالجة العينات حرارياً وكيميائياً حراري قبل التجربة لمقارنة نسبة الأكسدة لمعرفة أفضل نتيجة لمقاومة التآكل ، يتم وزن الكلامين (خليط من أكاسيد الحديد الذي يتقشر على أجزاء من الصلب عند تسخينه إلى درجة حرارة عالية) قبل وبعد التجربة. اظهرت نتائج الوزن تحسناً ملحوظاً في خصائص السطح (مقاومة التآكل) للعينات المعالجة كيميائياً حراري .

**الكلمات الأساسية: المعالجة الحرارية الكيميائية ، النتررة ، التآكل الجاف**

## ABSTRACT

This is an academic study on the dry corrosion of xc38 steel at high temperature (900 ° C) for 24 hours after thermal and thermochemical treatment.

Where the samples were heat and thermochemically treated before the experiment to compare the percentage of oxidation.

To see the best result for corrosion resistance, scale (a mixture of iron oxides that flakes off steel parts when heated to a high temperature) is weighed before and after the experiment.

The weighing results showed a significant improvement in the surface properties (corrosion resistance) of the thermochemically treated samples.

**Key words: thermochemical treatment, nitriding, dry corrosion**

## Résumé

Il s'agit d'une étude académique sur la corrosion sèche de l'acier xc38 à haute température (900 ° C) pendant 24 heures après un traitement thermique et thermochimique.

Où les échantillons ont été traités thermiquement et thermochimiquement avant l'expérience pour comparer le pourcentage d'oxydation.

Pour voir le meilleur résultat pour la résistance à la corrosion, la calamine (un mélange d'oxydes de fer qui s'écaille sur les pièces en acier lorsqu'il est chauffé à une température élevée) est pesée avant et après l'expérience.

Les résultats de pesée ont montré une amélioration significative des propriétés de surface (résistance à la corrosion) des échantillons traités thermochimiquement.

**Mots clés: traitement thermochimique, nitruration, corrosion sèche**

## **Dédicaces**

**Je dédie ce travail :**

**Mes chers parents**

**Ma mère**

**A Toute Mes frères**

**A Toute mes amis**

**A toute ma famille saoudi**

## **Dédicaces**

**Je dédie ce travail :**

**Mes chers parents**

**Ma mère**

**A Toute Mes frères**

**A Toute mes amis**

**A toute ma famille magri**

## REMERCIEMENTS

Tout d'abord je remercie **Allah** le tout puissant de m'avoir donné le courage et la patience de mener à bien mon travail de PFE

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Département de Mécanique de l'Université Saad Dahlab de Blida.

Selon la tradition, et à travers cette page de remerciements, nous tenons à saluer toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la concrétisation de ce travail.

Nous remercions Monsieur Temmar Mustapha et Monsieur Abdelhalim BRAHIMI pour avoir accepté de diriger cette thèse, et dont l'aide précieuse nous été indispensable sur le plan scientifique et humain.

Nous voudrions remercier les membres du jury pour leur précieux temps accordé à la lecture et à la critique de ce travail.

Nos très cordiaux remerciements vont aussi à tous nos enseignants pour tous les efforts conjugués tout au long de notre formation.

## TABLE DES MATIERES

<b>RESUME</b> .....	
<b>REMERCIEMENTS</b> .....	
<b>TABLE DES MATIERES</b> .....	
<b>Listes des figures</b> .....	
<b>INTRODUCTION</b> .....	1
I. Aciers et traitements Thermiques classiques	
I.1. ACIERS .....	3
I.1.1. Introduction .....	3
I.1.2.Compositions des aciers.....	3
I.1.3.Diagramme d'équilibre fer carbone.....	4
I.1.4.Les différentes phases des aciers .....	4
I.1.5 Classification des aciers .....	5
I.1.6.Types d'aciers selon leur composition chimique.....	5
A- Les aciers non-alliés d'usage général .....	5
B- Les aciers non-alliés spéciaux .....	5
C-Les aciers faiblement alliés .....	6
D- Les aciers fortement alliés.....	6
I.1.6.DESIGNATION NORMALISEE DES ACIERS .....	8
I.1.7. Les traitements de surfaces .....	9
I.2.TRAITEMENTS THERMIQUES CLASSIQUES.....	9
I.2.1.Introduction .....	9
I.2.2. La Trempe .....	10
I.2.3 Revenu .....	11
I.2.4 Le Recuit .....	12
I.2.5 Forgeage par estampage .....	12
I.2.6 Diagramme de transformation en refroidissement continu(TRC) .....	13
I.2.7 Diagramme TTT.....	14
I.3.TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES .....	15
I.3.1 Cémentation .....	15
1.3.1.1.Cémentation solide.....	16
1.3.1.2.Cémentation liquide .....	16

1.3.1.3.Cémentation gazeuse .....	16
1.3.2 Nitration .....	18
1.3.2.1 But et principe de la nitration .....	18
1.3.2.2 Nitration types et utilisation .....	19
1.3.2.3La nitration liquide .....	19
1.3.2.4 La nitration gazeuse .....	20
1.3.2.5 La nitration ionique .....	20
1.3.2.6 Carbonitration en bain de sel .....	20
1.3.2.7 Formation et composition de la couche de nitrure .....	21
1.3.2.8 La couche de nitrure et ses constituants .....	22
1.3.2.9 Couches de nitrures de fer .....	23
1.3.2.10 .Propriétés de couches de nitrures de fer .....	24
1.3.2.11.Nature des aciers nitrurés .....	24
1.3.2.12.Comportement mécanique des aciers nitrurés.....	24
1.3.3.1 Dureté .....	25
1.3.3.2 Contraintes résiduelles .....	25
1.3.3.3 Contraintes résiduelles dans le cas d'une couche nitrurée .....	25
1.3.3.4 Sollicitations en traction.....	27

## **II. Matériaux et Méthodes Expérimentales**

<b>II.1.PROCEDURES EXPERIMENTALES.....</b>	<b>29</b>
II.1.1 Introduction .....	29
II.1.2 Matériaux étudiés .....	29
II.1.3 Mode de préparation des échantillons .....	29
II.1.4 Le polissage .....	31
<b>II.2 METHODES EXPERIMENTALES .....</b>	<b>33</b>
II.2.1 Traitement De Nitration .....	33
II.2.1.1 Principe De Nitration .....	33
II.2.1.2 La Technique De La Nitration .....	34
<b>II.3 LA MICRODURETE .....</b>	<b>36</b>
<b>II.4 Test De Corrossion Sèche .....</b>	<b>37</b>

### **III. Résultats Et Interprétations**

III.1 Micrographies optiques .....	39
III.2 Epaisseurs des couches nitrurées .....	40
III.3 Profil de microdureté .....	40
III.4 Comparaison de duretés entre surface et cœur des aciers traités .....	41
III.5 Augmentation d'échantillon .....	42
<b>Résultats</b> .....	42
<b>Conclusion</b> .....	43
<b>REFERENCES</b> .....	44

## Listes des figures

Figure.I.1.Diagramme de phase fer-carbone.....	4
Figure.I.2. cycle des traitements thermiques classiques.....	10
Figure I.3 traitement thermique d'une pièce .....	10
Figure.I.4.Cycle thermique de la trempe et revenu.....	11
Figure.I.5 Diagramme TRC.....	13
Figure.I.6 Diagramme tempes .température .taux de transformation.....	14
Figure I.7.les couches de nitruration.....	23
Figure I.8: Schématisation de la génération des contraintes résiduelles d'un échantillon nitruré.....	26
Figure.II.1.Machine de tournage.....	30
Figure.II.2.Machine de découpage.....	30
Figure.II.3.Machine de tronçonnage.....	30
FigureII.4.Les échantillons d'aciers nitrurés.....	30
Figure II.5 Polisseuse, laboratoire métallurgie (Département de mécanique) Blida -1-.....	31
Figure II.6. Machine de finition de polissage Laboratoire SDM (département de génie mécanique) Université Blida-1 .....	32
Figure II.7 : Four électrique "Nabertherm.....	33
Figure II.8 : Le four à moufle affichant la température utilisée pour les traitements (550°C) .....	34
Figure II.9 : La poudre utilisée pour la nitruration solide.....	34
Figure II.10 : les caisses fermées.....	35
Figure II.11: les caisses ouvertes.....	35
Figure II.12 : Balance de précision utilisée.....	37
Figure III.1 : Micrographie optique d'un échantillon d'acier xc38 traité pour 12 heures à la température de 550°C.....	39
Figure III.2 Profil de microdureté de xc38 traité pour temps 12 heures à la température de 550°C.....	40
Figure III.3 : Micrographie optique montrant la différence de dureté entre la couche nitrurée et la sous-couche d'un échantillon traité.....	41

## Introduction générale

Les matériaux durs occupent une place prépondérante dans le processus de traitement des matériaux dans les industries métallurgiques et autres. Ils sont souvent sollicités pour la confection des pièces maîtresses de moules de la fabrication mécanique. Parmi ces aciers, on retrouve les aciers d'outils contenant des pourcentages élevés de Mn, en présence de carbone.

Cependant, l'élaboration de ces aciers nécessite une attention particulière du fait des risques de formation de structures fortement hétérogènes qui, dans la majorité des cas, diminuent sensiblement les propriétés de ces aciers.

L'objet du présent travail entre dans ce cadre et porte sur :

« L'étude de dégradation d'un moule fabriqué en acier XC38 à 900°C »

Cette recherche a permis d'avoir une vision plus claire quant à l'amélioration de la qualité de l'acier et l'optimisation des paramètres de traitements thermiques.

Ce mémoire est organisé selon 3 chapitres :

Le premier chapitre présente en première partie des définitions générales sur les aciers et les traitements thermiques classiques et thermochimiques.

Le deuxième chapitre présente l'acier XC38 et les différentes techniques et méthodes expérimentales.

Le troisième chapitre a pour objectif de présenter les résultats expérimentaux antérieurs (bibliographie) et les interprétations et conclusions.

L'aspect inclusionaire lors de l'élaboration de cet acier doit faire, à l'avenir, l'objet d'une attention particulière. Ces résultats sont résumés dans une conclusion finale avec des recommandations pratiques.

# Chapitre I

## Aciers et traitements Thermiques classiques

---

## **I.1. ACIERS**

### **I.1.1. Introduction**

L'acier est un alliage métallique ferreux, qui est principalement composé de fer, l'élément additionnel étant le carbone, qui n'est présent qu'à l'état de traces infimes. Selon les aciers, la teneur en carbone est comprise entre environ 0,005 % et 1,5 % en masse. Elle monte très rarement jusqu'à 2 %.

Pourtant, c'est bien cette teneur en carbone, si infime soit-elle, qui confère à l'acier -- de manière assez complexe -- les propriétés que l'on lui reconnaît. Par exemple, plus la teneur en carbone d'un acier est importante, plus l'acier est dur

Selon la norme NF EN 10020 (qui en juin 1989 a remplacé la norme NF A 02-025), « acier un matériau dont le fer est l'élément prédominant, sa teneur en carbone est généralement inférieure à 2 % et il contient d'autres éléments ; un nombre limité d'aciers au chrome peut avoir une teneur en carbone supérieure à 2 %, mais cette valeur de 2 % est la teneur limite courante qui sépare l'acier de la fonte ». [1]

### **I.1.2. Compositions des aciers**

En fait, les aciers sont des alliages fer-carbone contenant du silicium, manganèse, soufre, phosphore en quantité faible pour la famille des aciers non alliés. Des additions judicieuses d'éléments, comme le Si, Ni, Mo, Cr,... au cours de l'élaboration ou du traitement de l'alliage liquide permettent de modifier le comportement à la solidification et aussi d'ouvrir

L'éventail des structures obtenues. Cette catégorie d'aciers faiblement ou fortement alliés offre une gamme de performances mécaniques, physico-chimiques, électriques,... assez considérable. De plus, ces matériaux se prêtent bien aux traitements thermiques, ce qui permet encore d'en diversifier les performances.[2]

### I.1.3. Diagramme d'équilibre fer carbone

Le diagramme fer-carbone figure (I-1) décrit les différents états du mélange fer et carbone selon la proportion de fer et de carbone dans le mélange. Au-dessus de 2,11% de carbone on parle de fontes, en dessous de cette concentration on parle d'acier. Ce diagramme permet de visualiser la forme d'acier que l'on a selon la température et la teneur en carbone.

La détermination des phases et des constituants d'un acier à une température donnée est fournie par la lecture du diagramme. La structure du fer pur dépend de la température. [3]

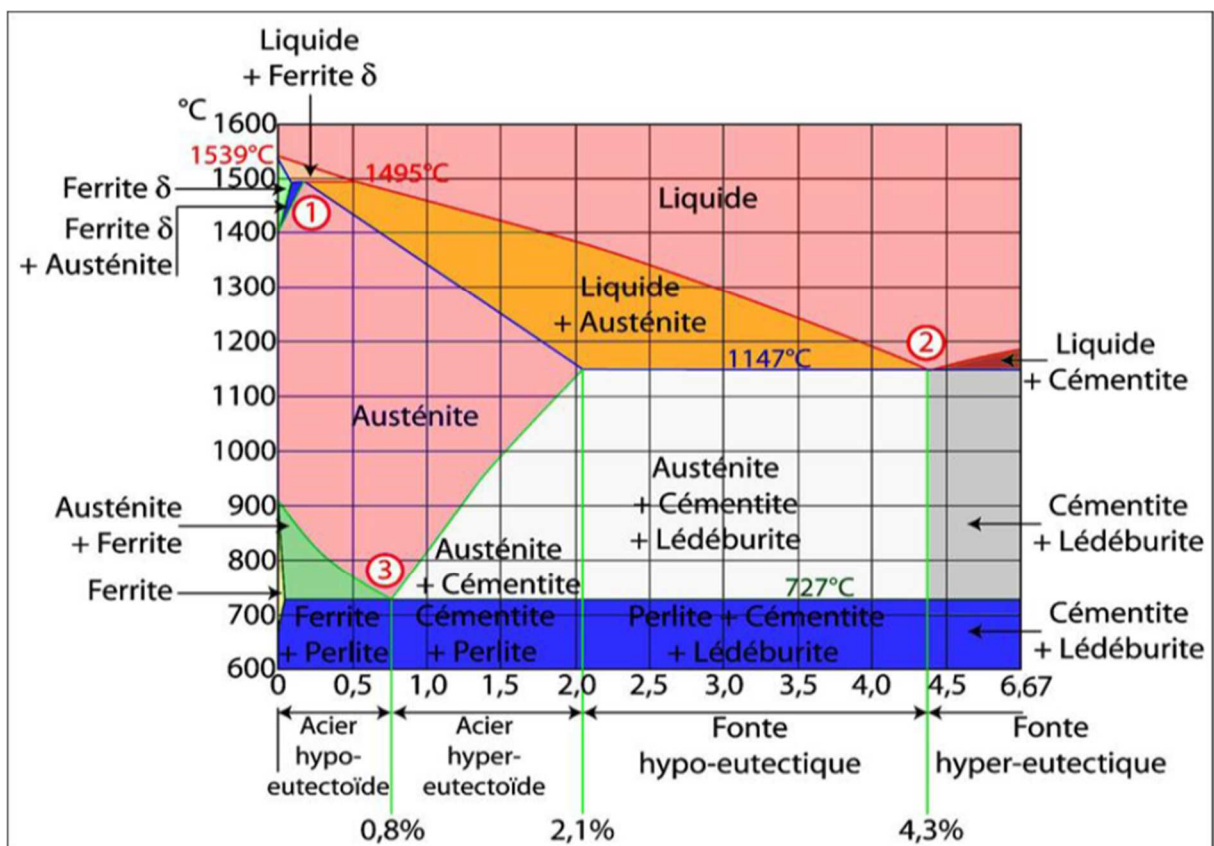


Figure.I.1. Diagramme de phase fer-carbone

### I.1.4. Les différentes phases des aciers

**L'austénite ( $\gamma$ ) (phase) :** L'austénite (solution solide) d'insertion du carbone dans le fer cristallisé sous la forme cubique à faces centrées. Cette cristallisation donne un matériau plus dense et plus dur que la ferrite.

**La cémentite :** est un composé chimique de formule  $Fe_3C$  très dur, mais cassant. **La ferrite (phase).** Est une solution solide composée de (**Fer  $\alpha$** ) cristallisé sous la forme

CC ne renfermant que des traces de carbone, à la température ordinaire. Elle est relativement douce et très ductile.

**Perlite :** (ferrite (fer  $\alpha$ ) + cémentite ( $\text{Fe}_3\text{C}$ )) La perlite est dure, résistante et assez ductile [4]

### I.1.5 Classification des aciers:

Du fait du nombre élevé d'éléments ajoutés au fer et de la gamme étendue de leur teneur, les aciers présentent un très grand nombre de nuances différentes. On peut classer les divers types d'alliages à base de fer selon leur composition chimique ou selon leur domaine d'utilisation. L'adoption de cette dernière nous permet de recenser quatre familles d'aciers :

### I.1.6 Types d'aciers selon leur composition chimique

Les aciers sont classés en quatre catégories principales selon la norme européenne EN 10027:

- **A- Les aciers non-alliés d'usage général** construction

Utilisés pour la construction soudée, l'emboutissage, l'ameublement, l'électroménager, ...

De type S pour un usage général de base

De type E pour la construction mécanique

La désignation de ces aciers comprend la lettre du type d'acier suivi de la valeur de la limite élastique en Mpa ( $R_e$ )

S'il s'agit d'un acier moulé, on précède la désignation de la lettre G

Exemple ;

- S185 (anciennement A33),  $R_e = 185$
- Mpa E295 (anciennement A50),  $R_e = 295$  Mpa
- GE295, acier moulé,  $R_e = 295$  Mpa

- **B-Les aciers non-alliés spéciaux** : sont utilisés pour les traitements thermiques, malléables, soudables, forgeables, ... Cette catégorie d'aciers est apte aux traitements thermiques la teneur en carbone et en impuretés est contrôlée, on distingue deux nuances :

**a. Les aciers courants :**

Ils sont désignés par les lettres CC suivis d'un nombre qui désigne la teneur moyenne du carbone en centième pour cent (100 fois la teneur en carbone).

**Exemple :** CC 35

CC : Acier ordinaire pour traitement thermique.

35 : contenant 0,35 % de carbone

**b. Les aciers fins :**

Ces aciers sont employés lorsque les caractéristiques mécaniques exigées sont sévères et nécessitent des transformations de structure par traitement thermique, leur élaboration s'effectue dans le four Martin.

Leur désignation commence par les lettres XC suivis d'un nombre indiquant la teneur en carbone en centième pour cent. Dans cette catégorie d'aciers, les écarts tolérés pour le carbone et les impuretés sont réduits, ces aciers présentent plus de garantie que les aciers courants vis à vis de la teneur en carbone et en impureté.[1]

**Exemple**

- XC 10 : teneur en carbone de 0.09%
- XC 18 : teneur en carbone de 0.19%
- XC 38 : teneur en carbone de 0.38%

Leur désignation peut être aussi suivie d'une lettre minuscule indiquant l'indice de pureté comme :

a : pureté minimale.

d : pureté moyenne.

- **C-Les aciers faiblement alliés** : ce sont des aciers pour traitements thermiques (dans la teneur de chaque élément d'addition est <5% et <1% pour le Mn). Les éléments d'alliage favorisent la trempabilité et permettent d'avoir des structures martensitiques ou bainitiques, donc des aciers à haute dureté, à haute limite élastique, pour les outils, les ressorts, et les roulements, etc

- **D- Les aciers fortement alliés** :

- Les aciers inoxydables.
- Les aciers rapides, pour les outils à forte vitesse de coupe.

### ✓ **Aciers inoxydables :**

On appelle aciers inoxydables des aciers qui résistent à la corrosion atmosphérique et à la corrosion électrochimique. Les aciers inoxydables sont des aciers contenant au minimum 10,5 % de chrome et au maximum 1,2 % de carbone (pour éviter la précipitation de carbures de chrome). Bien qu'un certain nombre tels que Mo, Cu, Si, Ti, Nb, etc., soient ajoutés pour améliorer la tenue à la corrosion ou les propriétés Mécaniques.

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 (de structures cristallographiques différentes), dont l'emploi dépend des propriétés recherchées, ils sont obtenus à partir des différentes zones de ces diagrammes :

### ✓ **Aciers à outils :**

**Généralités sur les aciers à outils** Ces aciers sont utilisés dans la fabrication d'outils destinés ; soit à la mise en forme d'autres matériaux avec ou sans enlèvement de matière ; soit à la préhension ou au mesurage d'objets. La diversité des problèmes posés dans ces domaines conduit à l'existence d'un très grand nombre de nuances d'aciers à outils [5]

#### **A- Propriétés générales d'emplois :**

- Dureté la plus élevée possible, permettant une grande résistance aux déformations lors du travail par enfoncement, pénétration ou cisailage.
- Ténacité élevée permettant de supporter des contraintes élevées sans rupture brutale,
- caractéristique souvent complétée par une bonne résistance aux chocs répétés.

#### **B- Propriétés de mise en œuvre :**

- Bonne trempabilité afin d'obtenir des duretés homogènes et élevées sur de grandes épaisseurs sans déformation excessives.

- Resistances convenables à la surchauffe, au grossissement de grain, à la décarburation.
- Résistance à l'adoucissement au revenu.

Bonne usinabilité et bonne aptitude à la rectification

### C-Classification des aciers a outils :

Il est intéressant de classer ces aciers selon la température atteinte par la partie active en cours de service, c'est-à-dire d'utiliser comme critère la résistance à l'adoucissement en fonction de la température (ou la dureté à chaud). la norme NFEN ISO 4957 range les aciers en 3 classes ;

- Aciers alliés pour travail à froid
- Aciers alliés pour travail à chaud
- Les aciers rapides : Les éléments d'alliage de base sont W, Mo, V, C

### I.1.6.DESIGNATION NORMALISEE DES ACIERS

Ils sont classés en deux groupes :

- ✓ Aciers non alliés (aciers ordinaires et aciers spéciaux, ...).
- ✓ Aciers alliés (faiblement et fortement alliés).

Le tableau ci-dessous donne un aperçu sur le pourcentage des éléments d'alliages dans les aciers alliés et non alliés : [6]

% des éléments d'addition	Acier non allié	Acier faiblement allié	Acier fortement allié
Al	< 0,3		> 0,3
B			> 0
Co	< 0,2	0,2 à 0,3	> 0,3
Cr	< 0,3	0,3 à 0,5	> 0,5
Cu	< 0,4		> 0,4
Mn + Si	< 1,5	1,5 à 3	> 3
Mo	< 0,05	0,05 à 0,1	> 0,1
Ni	< 0,3	0,3 à 0,5	> 0,5
Pb	< 0,4		> 0,4
V	< 0,05	0,05 à 0,1	> 0,1
W	< 0,2	0,2 à 0,3	> 0,3

Tableau I.1 des éléments d'alliages dans les aciers alliés et non alliés

**Désignation:** Pourcentage de carbone multiplié par 100, suivi des symboles chimiques des principaux éléments d'addition classés en ordre décroissant. Les pourcentages de ces éléments multipliés par 4, 10, 100 ou 1000, tableau

### **I.1.7. Les traitements de surfaces**

Les traitements de surfaces recouvrent un ensemble d'opérations ayant pour but de modifier les caractéristiques superficielles des aciers afin de leur conférer des propriétés spécifiques telles que : résistance à la corrosion et l'amélioration des caractéristiques physiques et mécaniques superficielles (dureté, glissement...). Les techniques utilisées sont des revêtements métalliques (zinc, chrome, or...); des revêtements non métalliques (peinture, plastique...); des traitements de conversion (anodisation...) et des traitements mécaniques (polissage...)[6]

## **I.2.TRAITEMENTS THERMIQUES CLASSIQUES**

### **I.2.1.Introduction**

Les traitements thermiques sont constitués par un certain nombre d'opérations combinées de chauffage et de refroidissement ayant pour but :

a. D'améliorer les caractéristiques des matériaux et rendre ceux-ci plus favorables à un

emploi donné, à partir des modifications suivantes :

- Augmentation de la résistance à la rupture et de la limite élastique  $R_m$ ,  $R_e$ ,  $A$  % en donnant une meilleure tenue de l'élément.

- Augmentation de la dureté, permettant à des pièces de mieux résister à l'usure ou aux chocs.

b. De régénérer un métal qui présente un grain grossier (affiner les grains, homogénéiser la structure) cas des matériaux ayant subi le forgeage.

c. De supprimer les tensions internes (écrouissage) des matériaux avant subit une déformation plastique à froid (emboutissage, fluotournage).

En dehors du recuit de recristallisation qui permet de supprimer l'écrouissage, les traitements thermiques ne s'appliquent pas aux métaux purs, mais seulement à quelques alliages pour lesquels on recherche principalement une augmentation de la limite élastique et une diminution de la fragilité. Les traitements thermiques sont

appliqués surtout aux aciers XC et aciers alliés ZR alliages non ferreux. En général les traitements thermiques ne changent pas la composition chimique de l'alliage.

Cet ouvrage traite les fondements technologiques des traitements thermiques des aciers ainsi que leurs classifications, leurs désignations et leurs utilisations.

Il expose en détail les aspects purement métallurgiques des traitements thermiques.

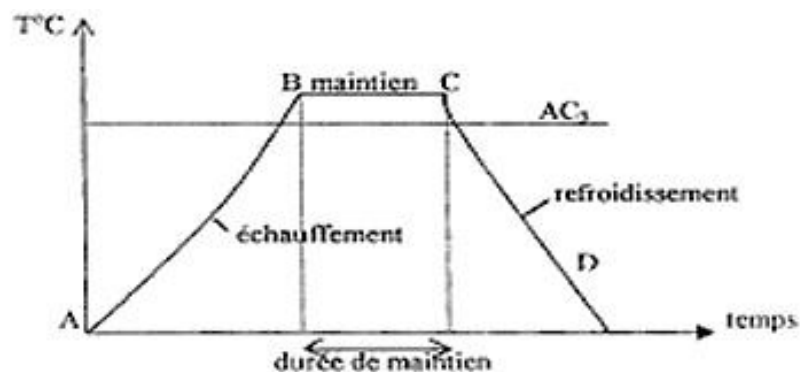


Figure.I.2. cycle des traitements thermiques classiques

### 1.2.2. La Trempe :

La trempe est utilisée pour améliorer les caractéristiques d'emploi de l'acier en lui donnant une meilleure ténacité.[7]



Figure I.3 traitement thermique d'une pièce

### Cycle thermique de la trempe :

a. Chauffage jusqu'à  $\theta_t$  (température de trempe) qui correspond à un état Austénitique ( $\gamma$ ). La durée de mise en température est suffisante pour que l'homogénéité thermique soit réalisée jusqu'au cœur de la pièce.

b. Maintient à cette température  $\theta$  t de façon à réaliser plus ou moins complètement la mise en solution des carbures dans le fer  $\gamma$  et l'homogénéisation de l'austénite. L'ensemble de ces deux phases est appelé Austénisation.

c. Refroidissement par immersion (trempe) dans un milieu convenable suffisamment rapide pour éviter la transformation correspondant à la constitution prévue par le diagramme d'équilibre.

**Facteurs de Trempe** : a- la composition chimique de l'acier b- la température de trempe ; c- la loi de refroidissement

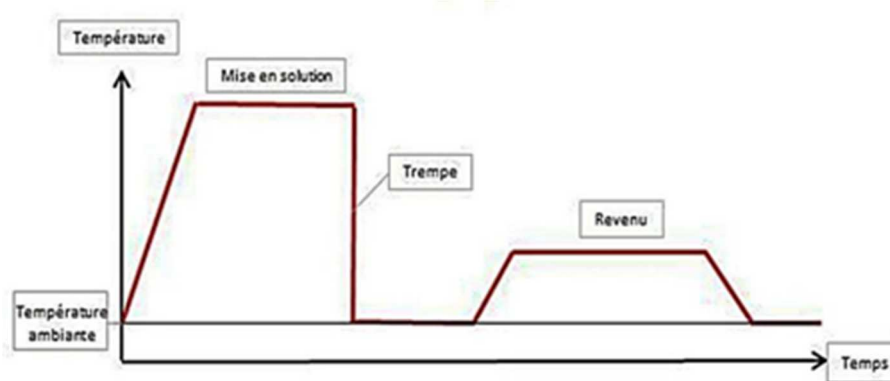


Figure.I.4.Cycle thermique de la trempe et revenu.

### I.2.3 REVENU

#### **Définition du revenu** :

Après trempe par refroidissement continu, un acier est caractérisé par: sa constitution: Selon sa trempabilité et les conditions de refroidissement il peut contenir des fractions massiques très diverses.

On peut dire en résumé que le Revenu ramène l'acier à un état plus proche de l'état physico – chimique d'équilibre (Ferrite + Cémentite), mais non l'équilibre structural. De plus, il y a atténuation ou disparition des contraintes propres ce qui amène une diminution de la fragilité [7]

#### **Cycle thermique du Revenu** :

LA TREMPE est habituellement suivie d'un REVENU qui consiste en un chauffage au-dessous de AC1 avec maintien d durée suffisante, suivi d'un

refroidissement qui peut être relativement rapide (suivant les cadences de fabrication imposées).

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. Il existe cependant certains aciers alliés où le revenu fait dans certaines conditions minimise ces effets.

### **1.2.4 Le Recuit**

Le recuit amène le métal en équilibre physico-chimique et mécanique s'il y a lieu et tend à réaliser l'équilibre structural (agglomération de chaque phase en une masse unique); il a donc pour but de faire disparaître les états hors d'équilibre résultant de traitements antérieurs, thermiques ou mécaniques.[7]

#### **Cycle thermique du recuit :**

- a) Un chauffage jusqu'à une température dite de traitement qui dépend du type de 'correction' à réaliser et liée aux difficultés énergétiques des processus microphysiques intervenants.
- b) Un maintien isotherme à la température de traitement, de durée variable, ou des oscillations autour de cette température.
- c) Un refroidissement généralement lent; Le refroidissement doit être moins rapide que le refroidissement critique de recuit; il s'opère généralement à l'air lorsque ce traitement n'entraîne pas la trempe de l'acier; sinon on utilise un milieu assurant une vitesse de refroidissement plus faible (fours, cendres).

### **1.2.5 Forgeage par estampage**

Il consiste à chauffer puis presser la pièce brute entre les matrices, qui ont un creux à la forme de la pièce voulue. Cette technique est utilisée pour la production de grandes séries, étant donné qu'il faut des outils spécifiques (matrices qui ont la forme du produit voulu par exemple). La forge par estampage est assez précise par rapport aux autres procédés.

## Le forgeage à chaud

Une Pièce de métal chauffé à haute température puis formé par compression dans un moule. La pièce est refroidie très rapidement pour augmenter sa rigidité. Effectivement, les molécules encore en mouvement ont encore des relations entre elles et lors du refroidissement les molécules sont figées instantanément avec encore leur liaisons. La pièce forgée est ébavurée\* de son oxyde de fer suite à son échauffement (souvent avec du sable). La pièce est ensuite polie pour enlever toute l'imperfection.

### I.2.6 Diagramme de transformation en refroidissement continu

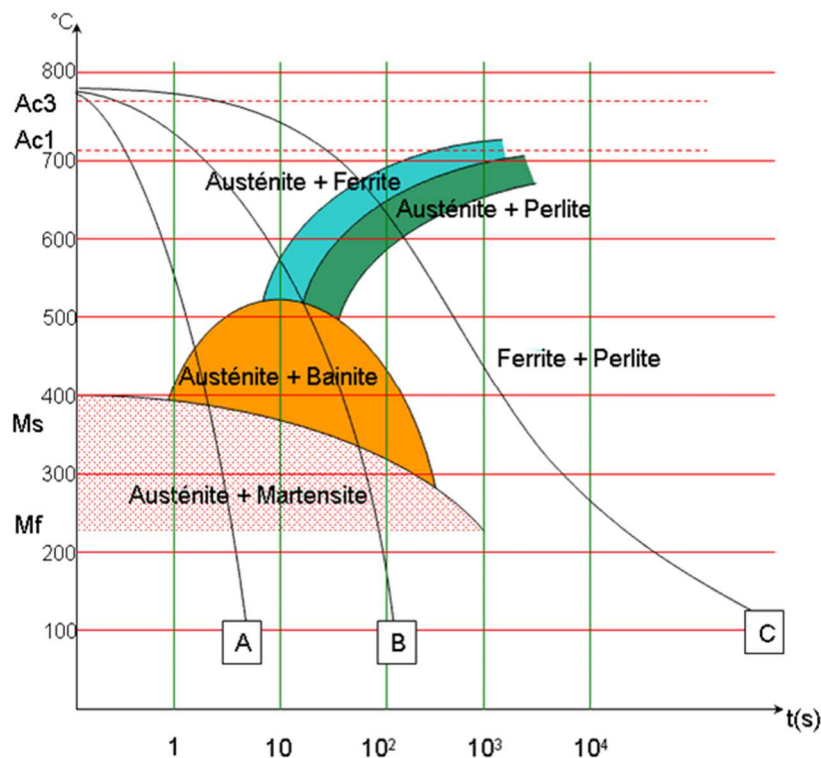


Figure.I.5 Diagramme TRC

**(TRC) :** Ces diagrammes sont généralement tracés par étude dilatométrique. On homogénéise les échantillons dans la phase de haute température. On refroidit ensuite ceux-ci à différentes vitesses contrôlées. La dilatation des échantillons est enregistrée graphiquement en continu afin de tracer la courbe dilatométrique.

Un diagramme TRC présente les différents domaines par lesquels peut passer une certaine nuance d'acier au cours d'un refroidissement. Ces domaines sont l'austénite, la ferrite, la bainite, la martensite ou la perlite. Différentes courbes sont tracées

également, représentant les trajets de refroidissement les plus courants. Les vitesses de refroidissement pouvant grandement varier, l'échelle de temps est logarithmique. On indique aussi en général la dureté (Rockwell ou Vickers) de l'acier obtenu pour chaque vitesse de refroidissement caractéristique.

On fournit généralement avec la courbe TRC des courbes de refroidissement sur transparents tracées dans le même système de coordonnées que les courbes TRC, et qui correspondent à des milieux de refroidissement précis pour des pièces de diamètres différents, plus le diamètre de la pièce est grand plus l'échange thermique entre le cœur de la pièce et le milieu est lent et donc la vitesse de refroidissement ressentie faible.

Ces courbes existent pour les milieux de refroidissements les plus usuels : l'air, l'huile et l'eau.

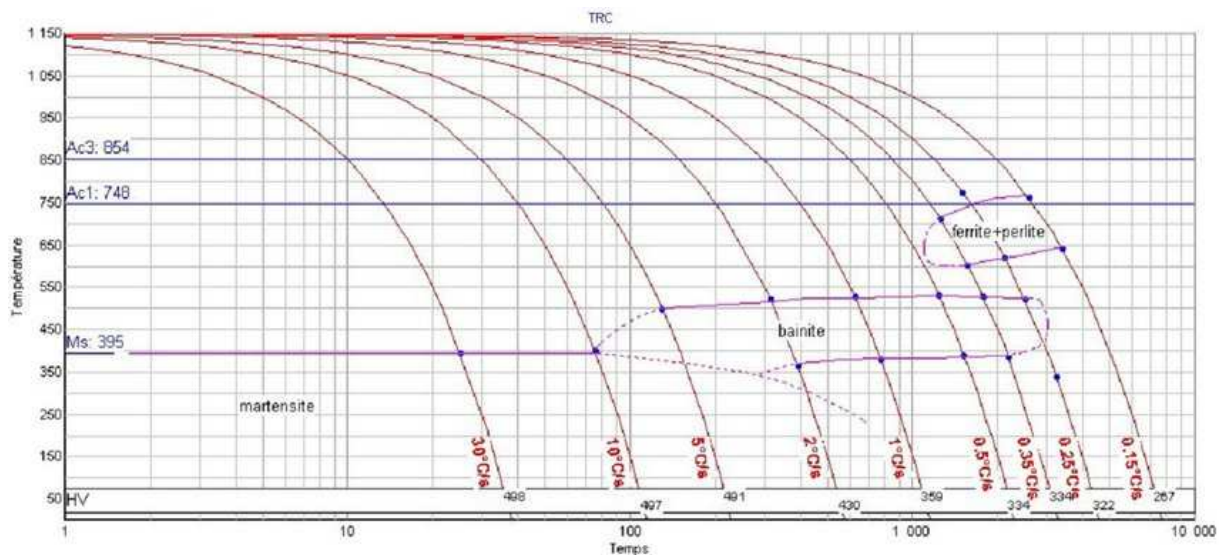


Figure.I.6 Diagramme tempes .température .taux de transformation

### 1.2.7 Diagramme TTT

Le diagramme TTT indique les transformations isothermes (à température constante), d'un matériau, suite à un refroidissement ultrarapide à partir d'une température d'austénitisation jusqu'à la température d'intérêt.

Sur chaque ligne isotherme on marque les temps de début et de fin des différentes transformations. L'ensemble des points qui définissent les temps de début et de fins des transformations correspondent aux courbes de de début et de fin de transformation.

À la température d'austénitisation  $T_a > A_{c3}$ , l'austénite est stable, suite au refroidissement rapide, au-dessous de la ligne  $A_{c3}$ , l'austénite devienne instable (car elle s'est située à une température inférieure à sa température d'équilibre) et ne se transformera pas brusquement, mais elle reste quelque temps pour qu'elle commence à se transformer.

Sur chaque ligne isotherme on marque les temps de début et de fin des différentes transformations. L'ensemble des points qui définissent les temps de début et de fins des transformations correspondent aux courbes de de début et de fin de transformation.

À la température d'austénitisation  $T_a > A_{c3}$ , l'austénite est stable, suite au refroidissement rapide, au-dessous de la ligne  $A_{c3}$ , l'austénite devienne instable (car elle s'est située à une température inférieure à sa température d'équilibre) et ne se transformera pas brusquement, mais elle reste quelque temps pour qu'elle commence à se transformer.

### **1.3. TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES**

Les traitements thermochimiques consistent à traiter superficiellement des matériaux métalliques notamment les aciers par l'ajout des éléments légers non métallique à titre Individuel comme le cas de cémentation, nitruration ou boruration ou à titre groupe comme le

Cas carbonitruration, nitrocarburation, cyanuration. Les éléments lourds peuvent être ajoutés à titre seul ou ensemble comme dépôts en surface des matériaux à traiter, le procédé appelé métallisation (métal ou alliage). Lorsque les dépôts forment des composés métalliques, les éléments additionnés en surface au cours de traitement ceux sont les éléments lourds (métalliques) et légers (non métalliques).

#### **1.3.1 Cémentation**

La cémentation est un processus de saturation en carbone de la couche superficielle de l'acier et ayant pour but principal, l'obtention d'une surface dure et résistance à l'usure par enrichissement de la couche superficielle en carbone jusqu' à une concentration de 0,8 à 1,2 % C et par trempe ultérieure suivie d'un revenu à basse température. Ce procédé accroît également la limite de fatigue.[8]

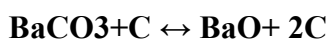
Généralement la profondeur maximum de pénétration est de 2 mm, donc il est exigé que les différentes opérations d'usinage doivent être réalisées avant le traitement de cémentation, c'est à dire, les pièces à cémenter sont fournies après l'usinage qui doit prévoir alors une surépaisseur de rectification de 0,05 à 0,1 mm, ou après finition. La cémentation est appliquée aux aciers à faible teneur en carbone (0,5 à 0,02 % C) pour les grosses pièces jusqu'à 0,3 % C. Le choix de la nuance d'acier est nécessaire pour que le cœur de la pièce garde sa ductilité. Il existe trois modes essentiels de cémentation soit par agents solides contenant une concentration forte en carbone (cémentation en caisse), par gaz ou par agents liquides.

#### 1.3.1.1. Cémentation solide

L'agent de saturation dans cette opération est un ciment solide, le plus souvent le charbon de bois. Pour accélérer la cémentation, on ajoute au charbon des activateurs dont le carbonate de baryum  $\text{BaCO}_3$  et le carbonate de sodium  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  à raison de 10 à 40 % du poids du charbon. Le ciment solide largement utilisé se compose de charbon de bois, de 20 à 25% de  $\text{BaCO}_3$  et jusqu'à 3.5% de  $\text{CaCO}_3$ . Les pièces sont placées dans des caisses soudées en acier, ou plus rarement, en fonte. La température de cémentation varie de 900 à 940 °C. Après cémentation, les caisses ne sont ouvertes qu'après leur refroidissement à l'air jusqu'à 400 ou 500°C. Le carbone atomique est obtenu de la manière suivante :[8]



L'addition du carbonate rend le ciment beaucoup plus actif et enrichit l'atmosphère carburante en oxyde de carbone



#### 1.3.1.2. Cémentation liquide

Les pièces sont plongées dans un bain de sel fondu à base de cyanure de baryum et de sodium vers 980°C. Cette technique relativement simple de mise en œuvre permet un chauffage homogène et une action chimique régulière.[8]

#### 1.3.1.3. Cémentation gazeuse

La cémentation gazeuse est la plus employée. Elle se fait industriellement à partir d'atmosphères obtenues par installation et décomposition à chaud (combustion) d'hydrocarbures, atmosphères qui sont caractérisées par leur potentiel carbone.

Le potentiel carbone d'une atmosphère est défini comme étant « la teneur en carbone à la surface d'un échantillon de fer pur en équilibre avec le milieu de cémentation considérée dans les conditions retenues ». Il y a carburation si, initialement l'activité du carbone dans le métal est inférieure au potentiel carbone de l'atmosphère. Dans le cas inverse, il y a décarburation du métal. Quand ces deux variables sont égales le système est à l'équilibre et n'évolue pas. Les gaz tels que l'oxyde de carbone et le méthane réagissent à chaud à la surface de l'acier, de telle sorte que le carbone libéré s'insère dans le réseau cubique à face centrée du fer.



Au cours de la cémentation, il peut y avoir dans la partie superficielle de la couche enrichie, une oxydation des éléments manganèse, chrome et silicium présents dans l'acier. Par suite de la diminution de la trempabilité qui en résulte, il peut y avoir au cours de la trempe formation de constituants autres que la martensite qui auront pour effet d'abaisser notablement la résistance à la fatigue.[8]

### **1.3.2Nitruration**

La nitruration apparaît comme le meilleur compromis. Dans ce chapitre, on appelle l'étude du traitement de la nitruration des aciers, les mécanismes de base et les différentes techniques, les phénomènes essentiels résident dans la modification d'une couche superficielle de la pièce traitée liée à l'apport d'éléments interstitiels diffusant dans pièce traitée et qui va transformer sa zone superficielle en nitrure métallique. Ensuite, on appelle le comportement de la pièce d'acier et discute les critères d'obtention de microstructure, ainsi que la structure et la microstructure des couches nitrurées [9]

La nitruration est un processus thermochimique par lequel la surface d'un métal ferreux est enrichie au nitrogène dans le but d'améliorer la résistance à l'usure des composants. Lors de la carbonitruration, non seulement le nitrogène, mais aussi des petites quantités de carbone sont impliquées dans le processus. Le résultat obtenu est une couche nitrurée constituée par la couche de combinaison ou couche blanche et la couche de diffusion, se trouvant juste au-dessous de la couche décombinaison. Le processus de nitruration et carbonitruration utilisant du gaz ou un bain de sel a été développé en Allemagne et aux Etats-Unis au début du 20ème siècle. Le développement de la nitruration par bombardement ionique a commencé dans les années 30, mais n'a été commercialisé qu'au début des années Toutes ces trois méthodes de nitruration comportent des avantages et le choix d'une méthode en particulier va dépendre de l'application spécifique du composant nitruré.

La nitruration produit un revêtement dur résistant à l'usure sur les aciers au carbone et aciers faiblement alliés, ainsi que la fonte. De plus, la résistance à la fatigue se trouve nettement améliorée et l'oxydation de la surface nitrurée améliore la résistance à la corrosion [10]

#### **1.3.2.1But et principe de la nitruration**

La nitruration est un traitement thermochimique de durcissement superficiel d'aciers utilisé pour produire un composé. Il en résulte un véritable matériau composite dont la structure macroscopiquement hétérogène présente une âme résiliente et une zone superficielle de dureté moyennement élevé avec augmentation simultanée de la résistance à la corrosion, à l'usure, à l'abrasion et à la fatigue. La nitruration est une

opération chimique qui consiste à faire absorber du carbone par des pièces en acier doux. Il suffit pour cela de chauffer la pièce à traiter à une température suffisante, nécessaire à la formation de la structure austénitique et favorise la diffusion du carbone, en présence d'une source riche d'azote. La couche superficielle absorbe l'azote et se transforme en acier très nitruré dans la zone superficielle. Par refroidissement, la structure de cet acier passe de son état initial à une structure contenant des nitrures de fer durs et cassants. Après la trempe, les pièces subissent un revenu, qui a pour but de diminuer les effets de la trempe en augmentant la résilience et la ténacité et d'abaisser la fragilité et la dureté de la couche cémentée [11]

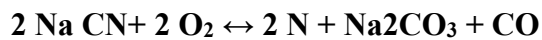
### **.1.3.2.2 Nitruration types et utilisation**

Les différents processus de nitruration peuvent être principalement différenciés selon leur source de nitrogène et alimentation en énergie. La nitruration par bain de sel, par gaz et par bombardement ionique comporte différents avantages en matière de coût d'investissement, de temps de processus, d'environnement, de sécurité et de qualité. Les propriétés de la surface nitrurée ou nitrocarburé obtenue ne dépendent pas, dans de nombreux cas, du processus de production. La profondeur de cémentation requise est déterminée par l'application du composant nitruré et peut être ajustée au moyen de la température et du temps de nitruration. Dans ce qui suit, les différents processus de nitruration sont brièvement décrits et l'application des pièces nitrurées est mentionnée. Le traitement de nitruration permet d'obtenir des microstructures stables pour des températures bien supérieures (jusqu'à 450°C-500°C) avoisinant la température de traitement. Ce traitement permet également de réduire les reprises d'usinage (finition, super-finition) absolument nécessaires pour les pièces fortement sollicitées superficiellement (engrenages, pistes intégrées de roulement,...), l'absence d'opération de trempe réduisant les déformations des pièces. On distingue trois types de nitruration suivant l'état du milieu nitrure: nitruration ionique, nitruration liquide, nitruration gazeuse.

### **1.3.2.3 La nitruration liquide**

On utilise un bain de sels à base de cyanure  $CN^-$  dont on considérablement limité la concentration (aujourd'hui quelques %). Cependant les conditions

environnementales et de sécurité tendent à faire disparaître ce procédé. On a une réaction du type :



#### 1.3.2.4 La nitruration gazeuse

La nitruration gazeuse fait partie des procédés de diffusion thermochimique. A des températures de traitement de 480 à 580 °C, la surface est soumise à un traitement thermochimique en présence d'azote et éventuellement de carbone. Grâce aux derniers développements des techniques de nitruration gazeuse contrôlées et de régulation en continu du quotient de nitruration, il est possible de superviser l'ensemble du traitement et de moduler de manière ciblée la constitution et la composition de la couche de combinaison et de diffusion ainsi que la dureté. Dans ce mémoire, nous sommes intéressés uniquement au procédé de nitruration gazeuse.

#### 1.3.2.5 La nitruration ionique

Schématiquement, elle s'effectue par décharges électriques entre une anode et les pièces qui forment la cathode. La tension est comprise entre 300 et 1000 V. L'atmosphère est à basse pression (10 à 100 Pa) et constituée d'azote et d'hydrogène. L'azote se dissocie et s'ionise. Les ions  $\text{N}^+$  sont ainsi attirés par la cathode, leur énergie cinétique permet de chauffer les pièces, les décaper et pénétrer dans la couche superficielle. Les traitements sont ainsi plus précis et plus rapides [12]

#### 1.3.2.6 Carbonitruration en bain de sel

La nitrocarburation en bain de sel a lieu dans des fours à creuset chauffés au gaz ou à l'électricité. Le matériau de prédilection pour le creuset est le titane. Après un préchauffage à 350°C, les composants sont immergés dans le bain de sel, soit en suspension ou reposant dans des rampes de chargement, soit en vrac dans des paniers d'acier inoxydable ou d'Inconel. Le bain de sel est constitué de cyanate alcalin et de carbonate alcalin. Par l'oxydation et la réaction thermique avec la surface du composant immergé, à température de nitruration, le cyanate alcalin dégage du nitrogène et du carbone qui se diffusent dans la surface du composant. Une nitruration pure n'est pas possible dans le bain de sel, car il y aura toujours des

petites quantités de carbone qui se diffuseront dans la surface. Les paramètres de processus habituels sont de 90 min à 580°C. L'agent de libération actif du nitrogène du bain de sel est le cyanate alcalin. Par le biais de la réaction des ions de cyanate, la quantité de carbonate alcalin dans le bain augmente. En ajoutant un polymère organique, le contenu optimal de cyanate du bain est de nouveau à niveau. Après la carbonitruration, une trempe dans un bain de sel oxydant (380-420°C) produit un oxyde de fer noir ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sur la surface.

Il remplit les pores de la couche de combinaison et agit comme une protection supplémentaire contre la corrosion. Après un refroidissement à température ambiante, les composants peuvent être polis, puis oxydés selon l'application. En raison d'un apport élevé en nitrogène, la carbonitruration en bain de sel produit une couche de combinaison avec des nitrures et carbone- nitrures ayant perdu ses propriétés métalliques. Les couches cémentées nitrocarburées sont particulièrement résistantes à l'usure abrasive, traces de frottement, friction de glissement et corrosion. La surface poreuse peut retenir les lubrifiants, ce qui améliore les propriétés de marche des arbres à cames par exemple. La carbonitruration en bain de sel est un processus rapide, flexible et économique. Les applications typiques sont les pièces utilisées dans l'industrie automobile telles que les tiges de piston, les vilebrequins et les arbres à cames, les soupapes et les engrenages. De plus, les composants nitrocarburés sont utilisés dans l'industrie aéronautique et off-shore ainsi que dans le génie mécanique [13]

### **1.3.2.7 .Formation et composition de la couche de nitrure**

A température de nitruration, le nitrogène se diffuse dans la surface d'acier et réagit avec le fer en formant du nitrure de fer  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ), contenant jusqu'à 6 % en poids de N. Avec l'augmentation du nitrogène, la phase  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_3\text{N}$ ) se forme, pouvant absorber jusqu'à 11 % en poids de N. Ces deux phases de nitrure de fer,  $\epsilon + \gamma'$ , forment la couche de combinaison, également désignée "couche de nitrure ou couche blanche. Cette couche de combinaison ne contient aucun métal mais est constituée d'une phase non-métallique, formée par le fer et le nitrogène. Dans les zones périphériques de la couche de combinaison, une couche poreuse peut être trouvée.

Le pourcentage de nitrure  $\gamma'$  et  $\epsilon$  dépend du contenu en carbone de l'acier: un contenu en carbone plus élevé implique la formation de  $\epsilon$ , un contenu plus faible en carbone forme plus de nitrure de fer  $\gamma$ . La couche de combinaison est relativement dure et sa dureté augmente avec l'augmentation du contenu de nitrure formant les éléments d'alliage, alors que la profondeur de cémentation diminue. Sous la couche de combinaison se trouve la couche de diffusion contenant du nitrogène en solution solide. Elle contient également des nitrures métalliques formés par les différents éléments d'alliage de l'acier, tels que l'aluminium, le molybdène, le chrome et le tungstène.

En raison de leur fine répartition subi-microscopique, les nitrures dans la couche de diffusion des aciers à faible teneur en carbone ne peuvent généralement pas être observées une fois que l'échantillon métallographique a été attaqué. Le nitrogène en solution solide précipite en forme d'aiguilles de nitrure  $\gamma'$ . Ces aiguilles de nitrure peuvent être attaquées de façon à ce

Que la couche de diffusion devienne visible et que son épaisseur puisse être mesurée. Sur les aciers d'alliage, la couche de diffusion apparaîtra sombre généralement sur la plupart des images obtenues par analyse métallographique.

### **1.3.2.8 .La couche de nitrure et ses constituants**

La couche comporte une zone: de combinaison de quelques microns ou l'azote est combinée sous forme de nitrures de fer qui renforcent la résistance à l'usure. Possibilité de créer une couche poreuse en extrême surface pour accroître les performances et une de diffusion de 0,1 à 1 mm selon la nuance d'acier et le temps de traitement apportant une bonne résistance à la fatigue et à l'usure, Figure() les couches de nitruration. Le traitement de nitruration présente certains avantages comme la diminution de masse minimale et faible distorsion, dureté superficielle élevée, pilotage de la couche superficielle par contrôle du processus au moyen d'un capteur d'hydrogène, amélioration de la résistance à la corrosion principalement par post- oxydation des pièces et résistance de la couche nitrurée à des températures allant jusqu'à environ 500[14]

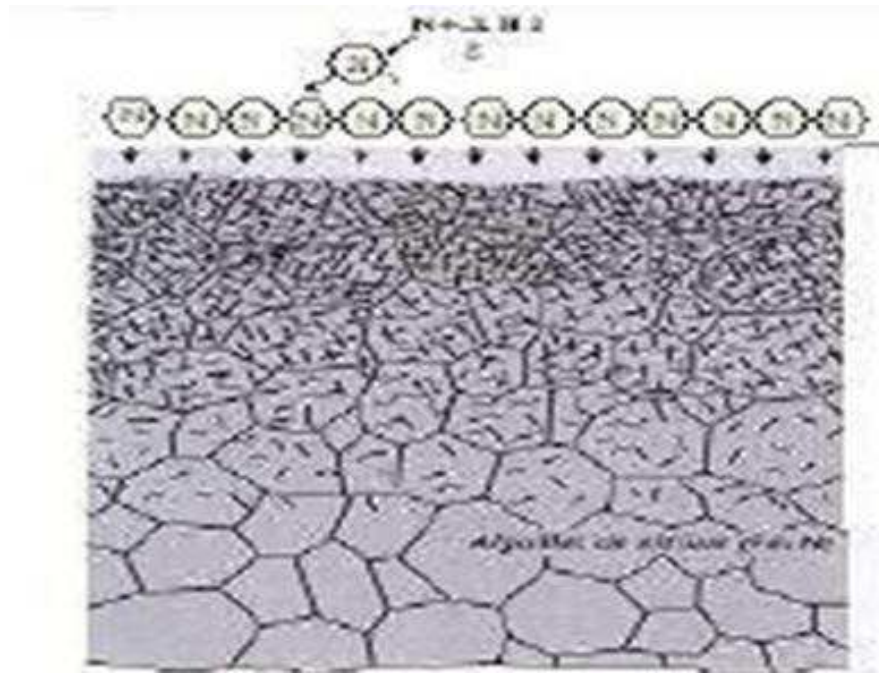


Figure I.7.les couches de nitruration

### . 1.3.2.9 Couches de nitrures de fer

Dans le procédé classique, l'apport d'azote atomique à la surface de l'acier est obtenu par dissociation thermique d'ammoniac. La température usuelle de nitruration est comprise entre 500°C et 550°C. Elle est inférieure à la température de la transformation eutectoïde à 590°C. Le traitement peut comprendre plusieurs paliers isothermes. Une couche nitrurée comprend en général en surface une zone de combinaison (5 à 30 µm) constituée en proportions variables de nitrures de fer  $\text{Fe}_4\text{N}$  relativement ductile,  $\text{Fe}_2\text{-3N}$  relativement fragile et de bonnes propriétés tribologiques. Cette zone suivie d'une zone de diffusion (0,05 à 0,8 mm) constituée d'une solution solide d'azote en insertion dans la ferrite (nitrure de ferrite) dans laquelle sont précipités des carbonitrures ou nitrures d'éléments alliés comme exemple nitrure de chrome et nitrure d'aluminium sous forme de particules suffisamment fines et résistantes à la coalescence pour conduire à un durcissement par précipitation de la nitrure de ferrite.

### **1.3.2.10 .Propriétés de couches de nitrures de fer**

Généralement les duretés obtenues pour les couches de nitrure de fer peuvent atteindre 900 à 1100 HV et qui correspond à la zone de combinaison. Cette dureté diminue ensuite graduellement au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la surface en passant par la zone de diffusion jusqu'à l'arrivée des valeurs de dureté stationnaires qui correspondent à l'acier non traité. Cette propriété des couches nitrurées à ne pas perdre leur dureté (600-1100HV) jusqu'à des températures de l'ordre de 500°C et ce quelle que soit la durée du séjour à température, et sont associées à une résistance à l'usure élevée. La résistance à l'usure des couches nitrurées est supérieure à celle des aciers cémentés et trempés. Le coefficient de frottement est également favorable. Les couches nitrurées présentent le plus souvent une résistance à la corrosion et à la fatigue-corrosion remarquable. L'opération de nitruration se faisant à température relativement basse, sur cœur stabilisé, en une seule étape et ne mettant pas en jeu de transformation de phases, conduit à des déformations minimales [15]

### **1.3.2.11. Nature des aciers nitrurés**

Le traitement de nitruration est usuellement pratiqué sur des aciers trempés et revenu. La température de revenu est supérieure à celle de la nitruration pour éviter des déformations à cœur en cours de traitement. Afin d'obtenir une ténacité convenable à cœur, la teneur en carbone est comprise entre 0,3 et 0,4%. Une addition de molybdène est nécessaire afin d'éviter une éventuelle fragilisation lors du maintien à 500°C. On peut aussi appliquer le traitement de nitruration aux aciers à outils, aciers inoxydables austénitiques et aciers margine. Le traitement peut comprendre plusieurs paliers isothermes. La nitruration n'a d'intérêt que pour des aciers alliés contenant des éléments tels que Cr, Mo, V, Al [16]

### **1.3.2.12. Comportement mécanique des aciers nitrurés**

Le traitement de nitruration conduit à l'établissement d'une couche durcie dans la zone superficielle des pièces les rendant plus aptes à résister à l'usure. La stabilité thermodynamique des nitrures formés au cours de la nitruration accroît sensiblement la résistance des pièces à la corrosion. Conjointement au durcissement, il s'établit dans la zone superficielle un champ de contrainte résiduelle de compression dont l'effet bénéfique sur la résistance à la fatigue est remarquable. Dureté et contraintes

résiduelles sont étroitement liées aux conditions de traitements, à la composition chimique et à la microstructure initiale des pièces

### **1.3.3.1 Dureté**

La dureté d'un matériau est une propriété mécanique représentant la résistance à la pénétration d'un indenteur dont la forme dépend du procédé d'indentation choisi. Pendant l'essai de dureté il se forme une empreinte d'indentation entourée d'une zone déformée plastiquement. Plus la dureté est élevée, plus l'empreinte et la zone déformée sont réduites. La déformation plastique est le résultat de microdéformations intervenantes à l'échelle de la maille cristalline à partir des défauts microstructuraux comme les précipités, les atomes en insertion ou en substitution et les dislocations.

L'obtention de ce profil de microdureté permet de déterminer la profondeur de nitruration. Ce paramètre est défini comme étant la profondeur correspondant à une valeur de dureté de 100 points Vickers supérieure à celle du coeur. De cette façon, différents traitements peuvent être comparés entre eux. La microdureté étant fortement dépendante de la microstructure de la couche nitrurée et surtout de la nature des précipités qui sont formés, les éléments d'addition présents dans l'acier ainsi que les paramètres de traitements vont donc avoir une influence sur les profils obtenus après traitements.

### **1.3.3.2 Contraintes résiduelles**

Les contraintes résiduelles sont des contraintes multiaxiales statiques, en équilibre mécanique, qui persistent dans une pièce après qu'une sollicitation mécanique ou thermique lui ait été appliquée. La diffractométrie X permet, en utilisant des distances inter-réculaires des phases comme jauges de déformation, de mesurer ces contraintes résiduelles. Les composantes du tenseur de contraintes sont déduites de ces déformations par une relation simple appelée loi des  $\sin^2$ .

### **1.3.3.3 Contraintes résiduelles dans le cas d'une couche nitrurée**

La mise sous contrainte d'une couche nitrurée peut être schématisée comme le montre la figure :

- ✓ Stade 1 : état initial du matériau en proche surface
- ✓ Stade 2 : déformation de la couche superficielle due à l'insertion d'azote (augmentation

du volume)

- ✓ Stade 3 : la sous-couche du matériau ne se déforme pas ou peu et impose les déformations à la couche superficielle à cause de sa massivité
- ✓ Stade 4 : l'incompatibilité des déformations engendre le champ de contraintes dans la

couche nitrurée; l'équilibre mécanique de la pièce donne la répartition finale des contraintes.

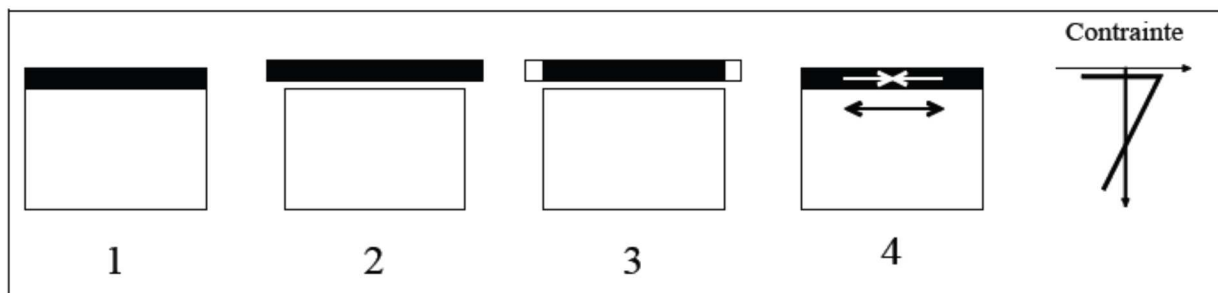


Figure I.8: Schématisation de la génération des contraintes résiduelles d'un échantillon nitruré

L'établissement du profil de contrainte se fait donc sur toute l'épaisseur de la couche de diffusion dans tout le domaine où se déroule la précipitation. Dans le cas particulier du traitement de nitruration, Barrallier a montré que l'apparition des contraintes de compression dans la couche de diffusion était due à la précipitation des nitrures d'éléments d'alliage pendant le traitement. Les précipités ainsi formés (principalement des nitrures de chromes) ayant un volume massique plus faible que celui de la matrice ferritique vont provoquer un gonflement de celle-ci qui va alors induire le champ de contraintes observé. Cette étude a également permis de mettre en évidence que les contraintes apparaissaient durant le traitement et qu'elles variaient très peu pendant le refroidissement. Compte tenu de la symétrie axiale du traitement de nitruration, le champ de contrainte est asymétrique et les contraintes de cisaillement associées aux contraintes normales sont négligeables.

#### **1.3.3.4 Sollicitations en traction**

Les traitements de durcissements superficiels ne sont pas utilisés pour améliorer les propriétés de résistance à la traction. Néanmoins, en situation, une pièce peut subir des efforts de traction. Le matériau de base destiné à la nitruration possède généralement une limite élastique relativement faible et son comportement à la rupture est de type ductile. Un matériau nitruré peut être considéré comme un multi matériau, résultat de l'association d'une couche superficielle fragile reposant sur un cœur ductile. Dans le cas général, l'épaisseur nitrurée est faible comparé aux dimensions des pièces. Dans ces conditions, le traitement influe peu sur la contrainte de rupture et sur la limite élastique; par contre la ductilité peut être fortement réduite. Selon Mittemeijer, la différence de déformation entre le cœur et la couche durcie est responsable d'un système de contraintes transversales. A partir d'une valeur critique, ces contraintes produisent des fissures dans la couche durcie entraînant la ruine du matériau.

# Chapitre II

## Matériaux, méthodes

### Expérimentales et résultats

---

## II.1.Procédures expérimentales

### II.1.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter les matériaux étudiés, le mode de préparation des échantillons, les investigations expérimentales utilisées pour l'élaboration des traitements des aciers étudiés, les techniques et les équipements utilisés. On décrira les différentes conditions des expérimentations et la méthodologie concernant l'obtention formées lors de ces traitements.

### II.1.2 Matériaux étudiés

On utilise dans cette étude un acier xc38 de Composition chimique suivante

C	S	Mn	P	Si
0.32 - 0.39	<0.035	0.50 – 0.80	<0.035	0.40 maxi

### II.1.3 Mode de préparation des échantillons

La préparation des échantillons destinés au traitement de nitruration solide est divisée en deux étapes, des découpages à froid et le polissage.

#### .Le découpages à froid

On effectue tout d'abord une opération d'usinage pour barreau d'acier afin de diminuer sa section à l'aide d'une machine de tournage comme indiqué dans la figure (II.1). Un découpage au jet d'eau (pour éviter tout échauffement du matériau) d'un barreau d'acier usiné ou d'autre type d'aciers à l'aide d'une machine de cisailage des métaux figure (II.2). Le but est d'obtenir, après faire le découpage, des éprouvettes cylindriques avec des dimensions déterminées.



Figure.II.1.Machine de tournage.



Figure.II.2.Machine de découpage.

La tronçonneuse (figure II.3) est utilisée pour découper des échantillons de faibles dimensions. Les échantillons d'aciers traités par nitruration et qui sont présentés dans la figure (II.4) sont obtenus par découpage à l'aide de cet appareil. [17]



Figure.II.3.Machine de tronçonnage



FigureII.4.Les échantillons d'aciers nitrurés

### II.1.4 Le polissage

Le traitement de polissage sur les pièces est un polissage mécanique manuel. Le polissage proprement dit a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane de rugosité minimale, mais également l'élimination de la couche superficielle de l'échantillon dont la microstructure pourrait être non-représentative du matériau (couches d'oxydes ou écrouissage provenant de la découpe...).[17]



Figure II.5 Polisseuse, laboratoire métallurgie (Département de mécanique) Blida -1-

Le polissage est l'action de polir, de rendre uni et luisant par le frottement. Il est une composante de la finition des pièces mécaniques par laquelle on s'attache non seulement à respecter les cotes imposées, mais en plus à obtenir un bel aspect, un fini. Ou un état de surface de haute qualité. Il s'effectue généralement en deux étapes. La première consiste en un polissage grossier de la surface. Les échantillons sont polis à l'eau (pour éviter tout échauffement du matériau) avec du papier abrasif en passant vers des grains de plus en plus fins (80, 100, 220, 320, 500, 1000) grain / cm. Entre chaque papier, il faut, croiser la direction de polissage : pour un papier donné, on polit toujours dans le même sens, et on croise les sens d'un papier à l'autre, ce qui permet de faire ressortir les rayures résiduelles de l'étape précédente.



Figure II.6. Machine de finition de polissage Laboratoire SDM (département de génie mécanique) Université Blida-1

La seconde, appelé polissage fin, est effectuée à l'aide d'un drap contenant un oxyde de l'aluminium, pour éliminer d'une part les rayures (des lignes (stries) observées sur la surface de l'échantillon) produites par des arrêtes tranchantes ou (et) des particules abrasifs et d'autre part pour conserver une planéité optimale sur tous types d'échantillon. Pour ces deux stades, le rinçage de l'échantillon, voir ce passage dans un bain à l'eau, est requis à chaque changement de papiers abrasifs et de drap afin d'éviter que des particules de grand diamètre ne polluent le stade de polissage à plus faibles granulométrie.

Les traitements sont effectués dans un four industriel électrique de type "Nabertherm " Pour le four il est nécessaire d'effectuer la vérification et le réglage avant de procéder à la marche : Nettoyer soigneusement l'intérieur du four et s'assurer qu'il n'y existe pas de corps étrangers. Régler les instruments suivants à leurs valeurs de consigne Vérifier la marche du ventilateur pour assurer la propagation de la chaleur.

Les traitements sont effectués dans un four industriel électrique de type "Nabertherm "



Figure II.7 : Four électrique "Nabertherm".

## II.2. METHODES EXPERIMENTALES

### II.2.1 Traitement de nitruration

En vue d'obtenir des couches de nitrure de fer sur l'acier choisi lors de cette étude on a choisi tout d'abord les paramètres pour effectuer le traitement thermochimique (le temps de traitement est 12 h et la température de traitement 550 °C) l'acier utilisé dans ce travail est considéré comme un paramètre.

#### II.2.1.1 Principe de nitruration

La nitruration s'effectue en général vers (520-580) °C. Il s'agit d'un traitement superficiel qui n'affecte pas le cœur de la pièce. La dureté en surface est très améliorée. La température choisie est 550°C, à des températures comprises entre 520 °C et 580 °C, l'ammoniac se décompose relativement lentement en ammoniac craqué et réagit simultanément avec le fer selon la réaction chimique suivante nitruration gazeuse [18]



Figure II.8 : Le four à moufle affichant la température utilisée pour les traitements (550°C)

### II.2.1.2 La technique de la nitruration

Les échantillons ont été nettoyés manuellement à l'aide du papier abrasif.

La composition chimique de la poudre utilisée est une propriété intellectuelle du constructeur, mais d'une façon générale, il est su qu'elle contient des composés riches en azote ainsi qu'un ou plusieurs activateurs.[19]

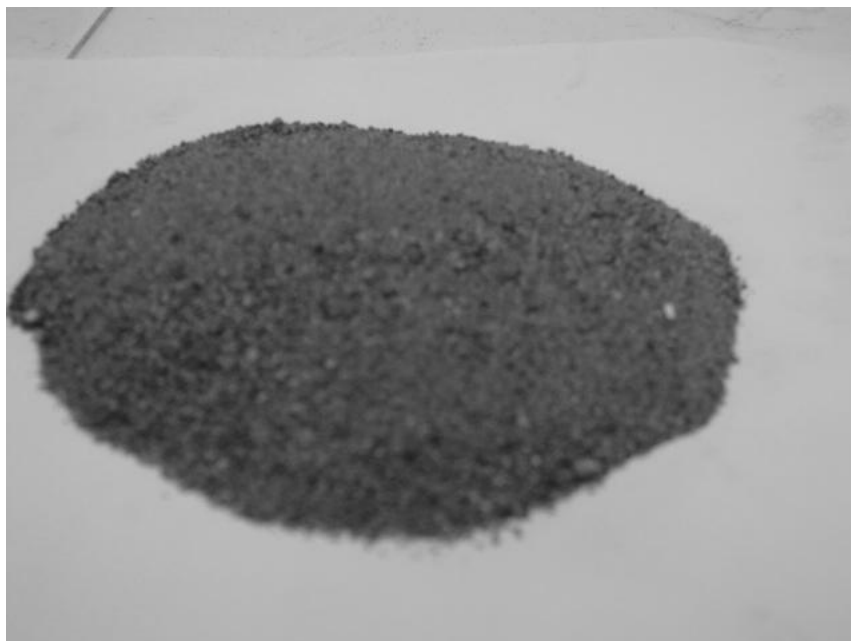


Figure II.9 : La poudre utilisée pour la nitruration solide

Les aciers sont placés dans de petites caisses en acier de construction qui sont fait construire spécialement pour l'expérience, la caisse est fermée sans être étanche avec un couvercle convenable. Pour éliminer tout échappement des gaz de la caisse pendant le traitement de nitruration, et pour limiter l'infiltration de l'air, il faut placer du sable dans les vides entre la caisse et son couvercle.



Figure II.10 : les caisses fermées



Figure II.11: les caisses ouvertes

Après que les boîtes ont été introduites dans un four électrique à une température de 550 ° C pendant 12 heures.

### II.3 La microdureté

Pour l'analyse micromécanique, on utilise un procédé classique qui est la mesure de la microdureté.

La microdureté peut être définie comme la mesure de l'empreinte laissée par un pénétrateur de forme géométrique spécifique sur la surface du matériau testé. Les charges (forces) exercées étant variables suivant la nature du matériau testé entre 1 et 1000 gf et la profondeur de l'empreinte ne dépasse en aucun cas 19  $\mu\text{m}$ . Le plus souvent, les tests de microdureté se font par les pénétrateurs "knoop" ou Vickers. Ceux-ci sont de forme conique à base, respectivement, losange pour le premier et carrée pour le second. La valeur de la dureté Vickers (HV) est le rapport de la charge appliquée ou pénétrateur sur la surface de l'empreinte produite. [19]

$$HV = 2P \sin(\varphi / 2) / d^2$$

Avec:

P: Charge appliquée, (kgf)

d: diagonale de l'empreinte ( $\mu\text{m}$ ).

$\varphi$ : angle entre deux faces opposées du pénétrateur, ( $\varphi = 136^\circ$ ).

Quant aux mesures de la microdureté, elles ont été réalisées sur les échantillons préparés à l'aide d'un microduromètre de type PRESS

## II.4 Test de corossion sèche

Le test est réalisé comme suit:

- pèsé des échantillon non traité et traité thermochimiquement avec la balance de précision figuer II.11
- la mise dans le four pendant 24 h ( effet de la chaleur et du tempe sur l'échantillon )
- pèse des échantillons avec la même balance de précision.
- L'augmentation de masse de chaque échantillon par rapport à la surface et calculé (voire les résultats)



Figure II.12 : Balance de précision utilisé

## Chapitre III

# RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS

---

### III.1 Micrographies optiques

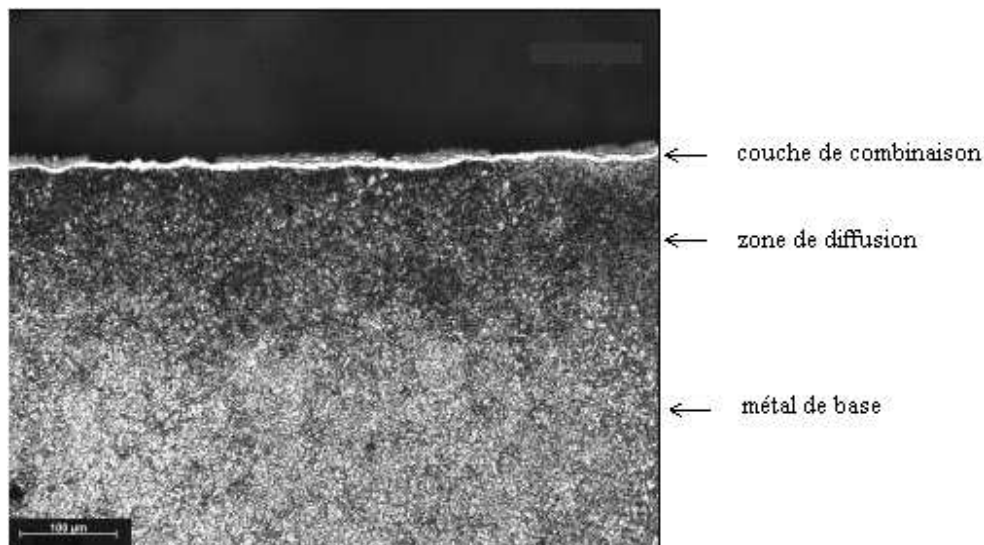


Figure III.1 : Micrographie optique d'un échantillon d'acier xc38 traité pour 12 heures à la température de 550°C

La micrographie optique (Figure III.1) montre l'existence d'une couche nitrurée pour l'acier xc38, sa nature, sa dureté, et son épaisseur dépend de la composition chimique de l'acier.

Pour l'acier xc38 on constate une couche de combinaison (couche blanche), non attaqué par le nital, claire et uniforme pour la majorité des plages observées, la non uniformité de cette couche dans certains plages s'explique par une certaine rugosité de la surface.

La couche de combinaison pour cet acier est d'une épaisseur allant de 5 à 11 µm

Sous la couche de combinaison, on constate l'existence d'une zone noircie par le nital, c'est la zone de diffusion, son épaisseur varie entre 134 et 181 µm.

En faisant un grossissement plus fort, on constate l'existence des nitrures dispersés dans la phase ferritique (nitroferrite), les limites de cette zone ne sont pas facilement distinguées, ce qui est commode et l'épaisseur maximale atteinte (181 µm), a été obtenue pour le temps de traitement de 12 heures.

Enfin, le métal de base apparaît sous la zone de diffusion, la différence de l'épaisseur conventionnelle obtenue par les profils de microdureté, et celle obtenue par l'imagerie optique est une conséquence des limites du microscope optique. C'est-à-

dire qu'on est en présence d'une sous-couche qui a été le siège d'une diffusion limitée.

### III.2 Epaisseurs des couches nitrurées

Tableau III.1 : Epaisseurs de la couche nitrurée de l'acier XC38, traité pour 12 heures

Échantillon	Epaisseur de la couche de diffusion ( $\mu\text{m}$ )	Epaisseur de la couche de combinaison ( $\mu\text{m}$ )
1	170	9
2	181	11
3	195	12

### III.3 Profil de microdureté

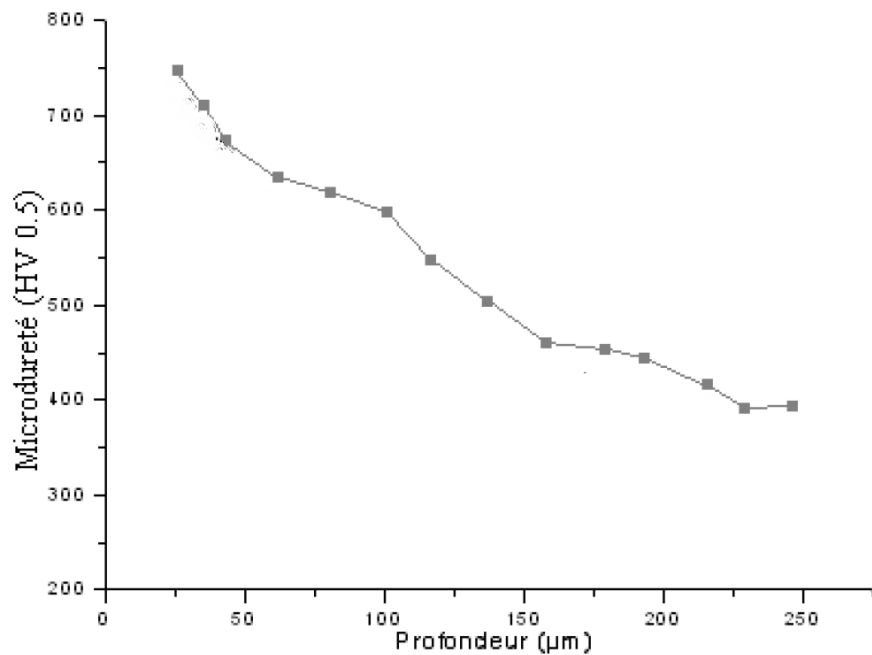


Figure III.2 Profil de microdureté de xc38 traité pour temps 12 heures à la température de 550°C

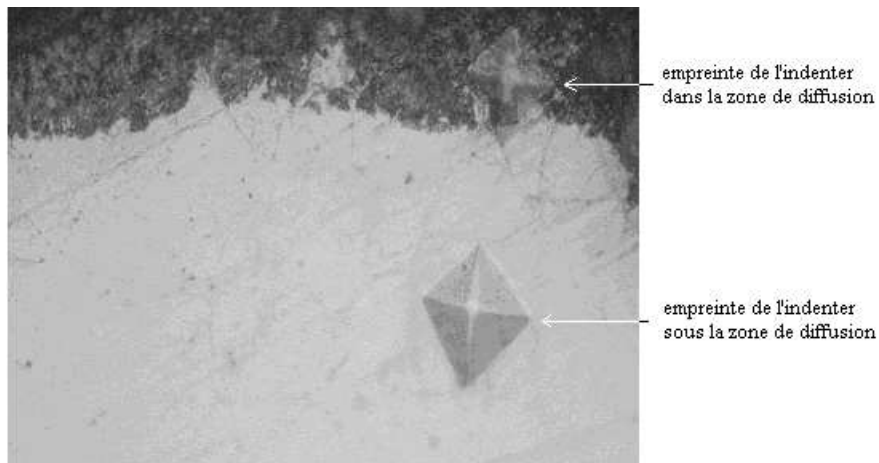


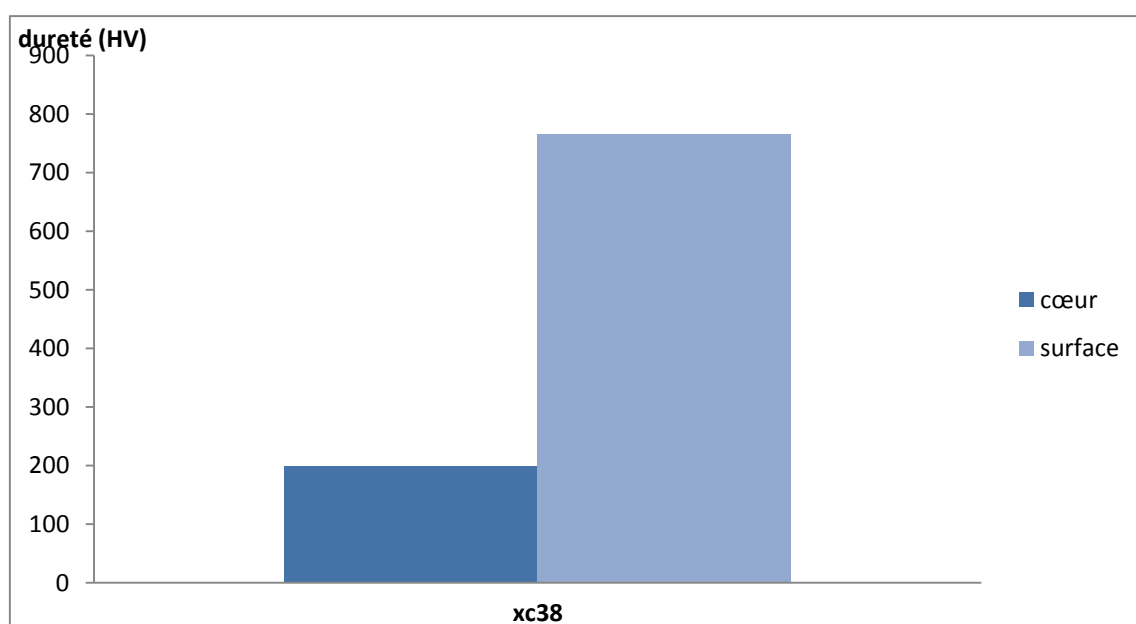
Figure III.3 : Micrographie optique montrant la différence de dureté entre la couche nitrurée et la sous-couche d'un échantillon traité

La figure III.2 montrent le profil de microdureté pour la nuance XC38, la microdureté fonction de l'épaisseur de est toujours décroissante, ceci est évident, vu la présence des nitrures seulement dans partie superficielle de ce dernier et leur absence au cœur du matériau traité.

La figure III.3 montre l'empreinte laissée par le pénétrateur en diamant du microduromètre sur la couche nitrurée et la sous-couche d'un échantillon traité, le rapport des diamètres du losange, est comparable aux rapports de dureté entre la surface et le cœur.

Pour notre nuance d'acier on a obtenu une augmentation claire et signifiante de la dureté à la surface après traitement, dans les intervalles typiques de dureté.

#### III.4 Comparaison de duretés entre surface et cœur d'acier traité



### III.5 Augmentation de masse d'échantillon

échantillon	Traitement thermochimique (g/m <sup>2</sup> )	Traitement thermique (g/m <sup>2</sup> )
1	94.5	283.5
2	130.3	390.9
3	81.5	244.5

### Résultats

Augmentation de masse s'explique par l'effet de la température ; l'absorption de l'oxygène et La réaction du fer avec l'oxygène donne de l'oxyde de fer (calamine Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) cette augmentation est favorisée par l'augmentation de la température (lois de la thermodynamique).

L'augmentation de la masse dans les échantillons traités thermochimiquement est trois fois moins que les échantillons non traités donc la nitruration améliore la résistance à la corrosion à chaud ce qui bénéficie pour les matrices d'estompage qui sont fabriqués à partir d'aciers pour déformation à chaud.

Pour valoriser notre travail :

Une étude de l'effet de traitement thermochimique (nitruration solide) sur la corrosion séché des aciers pour déformation à chaude, se ci très intéressante exemple des matrices d'estompage qui travaille généralement à 900 c° pendant (3X8h)

## Conclusion

On peut tirer les conclusions suivantes de ce présent travail:

-La nituration par la méthode des poudres est réalisable pour l'acier xc38 étudiés. Les couches obtenues sont typiques, mais avec des épaisseurs moindres par rapport aux méthodes classiques (gazeuse, ionique, ou en bains de sels).

- on observe une augmentation de masse de chaque échantillon traités ou pas traités traitement chimique.

-l'augmentation de mase des échantillons traité thermochimique est moins important.

- la nituration solide améliore la résistance à la corrosion sèche ce qui des grandes importances pour les matrices d'estompage fabriqués à partir d'aciers pour déformation à chaud

- [1] Guy Murry, 2004, Aide Mémoire Métallurgie, Dunod, Paris
- [2] J.N. Loquet, Caractérisation métallurgiques et mécaniques de couches Nitrurées, relation microstructure comportement - Thèse ENSAM Aix- en-Provence, (1998).
- [3] J.Barralis, L.Castex, J.-C.Chaize. Influence des conditions de traitement Sur la distribution de phases et des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées- Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, 43(6) ,629-642, (1986).
- [4] L.Barrallier. Genèse des contraintes résiduelles de nitruration. Etude expérimentale et simulation- Thèse ENSAMAix-en-Provence, (1992).
- [5] À. Cornet, F. Hlawka, 2010, Métallurgie Mécanique, Ellipses, France
- [6] SAID Bensaada ; TRAITEMENTS THERMIQUES, CLASSIFICATION ET DESIGNATION DES ACIERS ET FONTES.
- [7] DJERIBAA ABDELJALIL : Influence des traitements surface sur les propriétés mécanique, thèse de magister de l'université Mentouri – Constantine, 2007
- [8] Jacques POMEY :Précontraintes et durcissements superficiels , Techniques de l'ingénieur,M1180A , 10 juil . 1981.
- [9] Les différentes phases de l'acier, Document internet. 2007
- [10] Diagramme Fe-C et ses constituants métallographiques, Document internet.2007
- [11] Les alliages- fiche technique, Document internet. 2007. <http://www.precimetal.be>
- [12] Le revenu, Document internet. 2008.<http://cf.geocities.com/mbara2/revenu.htm>
- [13] Quelques traitements thermiques, Document internet.2007
- [14] Benjamin MARTIN, Résumé de cours « Matériaux », pp (11,12).
- [15] Harterei Gster, traitements thermiques "la trempe superficielle", page(4).
- [16] Dr. Gilles Olive, "Chimie des matériaux" 3eme Edition (2005), P(47,48).
- [17] SILINI Baderzamane- ROUBACHE Mostapha : Etude de traitements thermochimiques Des aciers, Thèse de Master, Département de mécanique université de m'silla , 2019
- [18] Mohamed Réda Berrahmoune, "Transformation martensitique et rupture différée dans l'acier austénitique instable 301LN", Thèse de doctorat (2006).
- [19] Mohamed SIDI MOUSSA: étude de la borocarbonituration d'un acier au carbone et des aciers au chrome: caracterisation des couches obtenues, thèse de magister, département de mécanique de l'université Blida, 2012