

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

---



**UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA  
FACULTE DE TECHNOLOGIE  
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE**

## **PROJET DE FIN D'ÉTUDES**

Pour l'obtention du Diplôme de Master en Génie Mécanique

Option : Génie des Matériaux (GM)

Thème :

**Evaluation des propriétés d'un acier faiblement allié  
ayant subi différents traitements de surface**

**Promoteur :**

Mr. A. Abderrahmane

**Réalisé par :**

Refsoun Romaiassa

Ali Dahmane Asmaa

**ANNEE UNIVERSITAIRE 2020/2021**

---

## REMERCIEMENTS

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

*Je remercie ma famille, à qui revient le mérite de m'avoir éduqué, encouragé et soutenu.*

*Je tiens à remercier mon promoteur Mr Abderrahmane d'avoir bien voulu me proposer le sujet ensuite encadré mon travail en m'apportant l'orientation et l'aide nécessaire.*

*Je tiens à remercier les membres de mon jury. Qui, en tant que rapporteurs, ont eu la patience de lire mes travaux.*

*Aussi bien je remercie Mr Brahimi pour son encouragement et ses aides, Ainsi que mes amis.*

*Je n'oublie pas de remercier tous les enseignants de notre département Génie mécanique, Enfin, mes remerciements vont à tous ceux qui d'une manière ou d'une autre ont contribué à l'élaboration de ce travail.*

*Finalement, merci à ma familles et enfin mes amis sans oublier les étudiants de ma promo pour leurs encouragement et leur soutien durant ces longues année.*

*En particulier ceux de la spécialité science des matériaux, pour m'avoir offert un agréable de formation Grand Merci.*

*Je souhaiterai également remercier tous mes collègues de la promotion GM 2021, pour avoir encouragé à accomplir ce travail.*

---

## *DEDICACE*

*Je dédie ce Mémoire*

- A ma mère et mon père pour leur soutien indéfectible,*
- A mon frère,*
- A tous mes enseignants du primaire à l'université qui ont participé à ma formation,*
- A toute la promotion de génie mécanique 2020/2021.*

*Romaïssa Refsoun*

---

## *DEDICACE*

*Je dédie tout particulièrement ce modeste travail*

- *A celui qui m'a donné l'amour sans limite, à mon père,*
- *A celle qui le paradis est sous ses pieds, à ma mère,*
- *A mes frères : Oussama, Akram, et à toute ma famille,*
- *A Salah cette lumière qui s'est subitement éteinte mais qui brillera à tout jamais dans nos cœurs, رحمة الله عليه*
- *A Ahmed, Hassan, Sami, qui malgré la distance, ils étaient les meilleurs soutiens.*

*Ali dahmane Asmaa*

## *Sommaire*

Introduction générale.....	01
----------------------------	----

### **Partie bibliographique**

#### **Chapitre 1 : Traitement thermochimique et la projection thermique**

<b>I.1. Introduction .....</b>	<b>03</b>
<b>I.2. La cémentation.....</b>	<b>03</b>
<b>I.2.1. Techniques de cémentation .....</b>	<b>05</b>
<b>A) La cémentation en caisse.....</b>	<b>05</b>
<b>B) Cémentation liquide.....</b>	<b>06</b>
<b>C) La cémentation gazeuse.....</b>	<b>06</b>
<b>D) La cémentation « basse pression » .....</b>	<b>07</b>
<b>I.2.2. Profondeur conventionnelle de cémentation.....</b>	<b>08</b>
<b>I.2.3. Mécanisme de la formation de la couche cimentée.....</b>	<b>08</b>
<b>I.2.4. Aciers de cémentation .....</b>	<b>09</b>
<b>I.2.5. Traitements thermiques après cémentation.....</b>	<b>10</b>
<b>I.2.6. Propriétés des pièces cimentées.....</b>	<b>10</b>
<b>I.3. la nitruration.....</b>	<b>11</b>
<b>I.3.1. Mécanisme de la formation de la couche nitrurée.....</b>	<b>11</b>
<b>I.3.2. Techniques de nitruration.....</b>	<b>12</b>
<b>A) Nitruration gazeuse.....</b>	<b>12</b>
<b>B) Nitruration liquide.....</b>	<b>12</b>
<b>C) Nitruration en caisse.....</b>	<b>12</b>
<b>D) La nitruration ionique.....</b>	<b>13</b>
<b>I.3.3 Aciers de nitruration.....</b>	<b>14</b>
<b>I.4. La boruration.....</b>	<b>15</b>

<b>I.4.1. Les différents procédés de boruration.....</b>	<b>16</b>
A) La boruration en milieu gazeux.....	16
B) La boruration en milieu liquide.....	17
C) La boruration en milieu solide.....	17
1) Technique des poudres.....	17
2) Technique de pâtes.....	18
<b>I.5. La projection thermique.....</b>	<b>18</b>
I.5.1. Principe du procédé.....	18
I.5.2. Les impacts potentiels de la projection thermique dans le secteur manufacturier .....	19
<b>Chapitre II : Les techniques de caractérisation des surfaces</b>	
<b>II.1. La dureté.....</b>	<b>20</b>
II.1.1. L'essai de la dureté.....	21
II.1.2. Mesure de la dureté.....	21
II.1.3. Microdureté Vickers.....	22
<b>II.2. Usure et frottement.....</b>	<b>23</b>
<b>II.3. L'usure.....</b>	<b>23</b>
II.3.1. Evolution de l'usure.....	23
II.3.2 Aciers à haute tenue à l'usure.....	24
<b>II.4. L'indentation instrumentée.....</b>	<b>24</b>
II.4.1 Méthode et analyse.....	25
II.4.2 Dispositifs d'indentation instrumentée.....	25
<b>Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales</b>	
<b>III.1. Matériau du substrat.....</b>	<b>28</b>

III.1.1. Influence des éléments d'additions.....	29
III.2. Fabrication des échantillons.....	29
III.3. les traitements thermochimiques traités dans notre acier.....	30
III.3.1. Traitement thermochimique de cémentation solide.....	30
III.3.1.1. Les étapes de réalisation du traitement .....	31
III.3.1.2. Traitements thermiques après cémentation.....	33
III.3.2. Traitement de la nitruration solide.....	36
III.3.3. la projection thermique.....	36
III.3.3.1 La poudre utilisée dans cette technique.....	36
III.3.3.2. La technique de projection est décrite comme suit.....	39
III.4. Préparation métallographique.....	39
III.4.1 Usinage.....	39
III.4.2. le polissage.....	39
III.4.2.1. Attaque chimique.....	40
III.4.3. le microscope.....	41
III.5. Essai de dureté.....	41
III.6. Essai de Microdureté.....	42
III.7 Test de Microindentation instrumentée.....	43

## **Chapitre IV : Résultats et interprétations**

IV.Introduction.....	44
IV.1. Substrat.....	44
IV.2. Microstructure des échantillons traités.....	45
IV.3. Dureté.....	47
IV.4. Microdureté.....	50
IV.5 : Indentation instrumentée .....	54
Conclusion générale.....	56

*Liste des tableaux*

<b>Tableau I.1</b> : Fiche descriptive du traitement de cémentation [4].....	04
<b>Tableau I.2</b> : Influence de la structure des couches cémentées sur l'opération de traitement de surface [5].....	05
<b>Tableau I.3</b> : Les nuances des aciers de cémentation [3].....	10
<b>Tableau I.4</b> : Nuances d'aciers nitrurés avec les duretés HV [11].....	14
<b>Tableau I.5</b> : Phases présentes et les duretés des borures de certains métaux de transition [11].....	16
<b>Tableau II.1</b> : Caractéristiques des appareils d'indentation CSM &Ltd [39].....	27
<b>Tableau III.1</b> : Composition chimique de l'acier 20NC6.....	28
<b>Tableau III.2</b> : Acier traité par différent traitement de surface.....	30
<b>Tableau III.3</b> : Profondeur de la couche de cémentée en fonction de la température et le temps de maintien.....	31
<b>Tableau III.4</b> : Les paramètres de la projection fusion – refusions.....	38
<b>Tableau IV.1</b> : Représentation comparative des différents traitements en termes de la dureté (macro) Hv20 kg prise en surface.....	48
<b>Tableau IV.2</b> : Représentation comparative des différents traitements en termes de la dureté (micro) Hv0.05 kg prise en surface.....	50-51

## *Liste des figures*

<b>Figure I.1 :</b> Austénite résiduelle dans une couche cémentée et durcie par trempé [4].....	07
<b>Figure I.2 :</b> Micrographie d'une couche cémentée par plasma pendant 2 h d'un acier SUS 316 L [7].....	07
<b>Figure I.3 :</b> Profondeur conventionnelle de cémentation [10].....	08
<b>Figure I.4 :</b> Profondeur de la couche cémentée [11].....	09
<b>Figure I.5 :</b> Micrographie d'un acier H11 nitruré [11].....	12
<b>Figure I.6 :</b> Nitruration en caisse [11].....	13
<b>Figure I.7 :</b> Nitruration ionique [11].....	14
<b>Figure I.8 :</b> Microstructure d'un acier à outils de travail à chaud subit un traitement de nitruration [11].....	14
<b>Figure I.9 :</b> Couche de boruration sur un engrenage [11].....	15
<b>Figure I.10 :</b> Relation entre l'épaisseur de la couche et la dureté pour des différents traitements thermo-chimiques [18].....	17
<b>Figure I.11 :</b> Schéma de principe de la projection thermique [21].....	19
<b>Figure II.1 :</b> Essai de dureté [22].....	20
<b>Figure II.2 :</b> Essai de dureté par indenteur à pointe pyramidale [23].....	21
<b>Figure II.3 :</b> Principaux indenteur [24].....	21
<b>Figure II.4 :</b> Micro-duromètre [25].....	22
<b>Figure II.5 :</b> Représentation des efforts sur deux solides en mouvement relatif [49].....	23
<b>Figure II.6 :</b> Evolution de l'usure [26].....	24
<b>Figure II.7 :</b> Dispositif utilisé afin de réaliser les tests d'usure abrasive [29].....	24
<b>Figure II.8 :</b> Courbe d'indentation typique [30].....	25
<b>Figure II.9 :</b> Illustration schématique du système d'indentation instrumentée [43].....	26
<b>Figure III.1 :</b> Tour parallèle.....	29
<b>Figure III.2 :</b> Rectifieuse plane.....	30
<b>Figure III.3 :</b> Courbe descriptive du traitement de cémentation.....	32
<b>Figure III.4 :</b> Préparation de la caisse cémentation.....	32
<b>Figure III.5 :</b> Four utilisé dans la cémentation.....	33
<b>Figure III.6 :</b> La caisse à l'entrée de four.....	33
<b>Figure III.7 :</b> Cycle du traitement thermique après cémentation Trempe et Revenu.....	34
<b>Figure III.8 :</b> La caisse à la sortie du four.....	34
<b>Figure III.9 :</b> La trempe après le traitement thermique.....	35
<b>Figure III.10 :</b> Le bain de refroidissement après la cémentation.....	35
<b>Figure III.11 :</b> Le four de trempe utilisé après la cémentation.....	35
<b>Figure III.12 :</b> Le four de revenu utilisé après cémentation et trempe.....	35
<b>Figure III.13 :</b> Les pièces après la cémentation.....	35
<b>Figure III.14 :</b> Préparation des échantillons lors d'un traitement de nitruration.....	36

<b>Figure III.15</b> : Poudre Borotec 10009.....	37
<b>Figure III.16</b> : La machine de sablage.....	37
<b>Figure III.17</b> : La torche au-cour de l'opération de projection thermique.....	38
<b>Figure III.18</b> : La pièce lors de la projection thermique.....	38
<b>Figure III.19</b> : Fraiseuse mécanique marche horizontalement.....	39
<b>Figure III.20</b> : Polisseuse.....	40
<b>Figure III.21</b> : L'opération du polissage.....	40
<b>Figure III.22</b> : L'attaque chimique.....	40
<b>Figure III.23</b> : Microscope optique utilisé.....	41
<b>Figure III.24</b> : Microduromètre.....	42
<b>Figure III.25</b> : Microduromètre utilisé dans notre travail.....	42
<b>Figure III.26</b> : La machine utilisée à l'indentation instrumentée.....	43
<b>Figure IV.1</b> : Microstructure et dureté et microdureté du substrat.....	44
<b>Figure IV.2</b> : Microstructure d'échantillon cimenté.....	45
<b>Figure IV.3</b> : Microstructure d'échantillon nitruré.....	45
<b>Figure IV.4</b> : Microstructure d'échantillon projeté thermiquement.....	46
<b>Figure IV.5</b> : Microstructure d'échantillon cimenté et nitruré.....	47
<b>Figure IV.6</b> : Microstructure d'échantillon cimenté avec projection thermique.....	47
<b>Figure IV.7</b> : Histogramme comparative de dureté.....	50
<b>Figure IV.8</b> : Histogramme de microdureté.....	52
<b>Figure IV.9</b> : Variation de la microdureté de la surface vers le cœur en cas de cimentation plus projection thermique.....	53
<b>Figure IV.10</b> : Empreinte d'essai de microdureté Hv0.05.....	53
<b>Figure IV.11</b> : Empreinte de nitruration à la microdureté Hv0.05.....	53
<b>Figure IV.12</b> : Variation de la microdureté de la surface vers le cœur en cas de nitruration.....	54
<b>Figure IV.13</b> : Courbes force Vs profondeur d'indentation instrumentée du substrat.....	54
<b>Figure VI.14</b> : Courbes force Vs profondeur d'indentation instrumentée après cimentation.....	55
<b>Figure VI.15</b> : Représentation comparative des courbes d'indentation Acier brut Vs acier cimentée.....	55

## **Introduction générale**

La recherche des propriétés de surface spécifiques sur les pièces en service, dont les conditions d'emploi sont de plus en plus sévères, a permis le développement de nouveaux procédés et de nouveaux matériaux associés. Aujourd'hui les objectifs techniques et économiques des industriels de tous les secteurs vont dans les 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.

Les traitements de surfaces concernent une vaste famille de procédés dont l'objectif est d'augmenter les performances mécaniques des pièces traitées notamment vis-à-vis de l'usure et de la tenue en fatigue. Le niveau de dureté et le taux de contraintes résiduelles en compression. Ces processus consistent à améliorer les qualités du métal répondant aux normes préalablement déterminés notamment la résistance à l'usure à la corrosion et à la fatigue. Ainsi, pour modifier l'aspect ou la fonction de la surface de ce matériau afin de l'adapter à des conditions d'utilisation données. Ces traitements de surface jouent un rôle éminent.

Afin de subvenir aux besoins des entreprises industrielles en matière d'acier faiblement allié (20NC6) et pour faire face aux fortes demandes de ce métal utilisé dans différent secteur industrielle notre choix est porté sur les traitements de surface de cet acier. A cet effet, cet acier a subi des traitements thermochimiques de cémentation, nitruration, cémentation combinée à la nitruration et a été revêtu par projection thermique afin d'améliorer ces performances. Une étude comparative de ces différents traitements a été l'objet du présent travail.

Le traitement de cémentation a été effectué au niveau de l'établissement de la Base centrale logistique BENI MERED, qui dispose des moyens humains et matériels avancés qui nous ont facilités cette mission. Les autres traitements nous l'avons fait au niveau de notre département de Génie Mécanique.

L'étude comporte ces étapes :

- ❖ Réalisation des traitements thermochimiques et la projection thermique sur l'acier faiblement allié (20NC6).
- ❖ Caractérisation de la microstructure
- ❖ Tests de dureté et de microdureté.
- ❖ Indentation instrumentée.
- ❖ Interprétation des résultats

Ce mémoire s'articule sur quatre chapitres et il est organisé comme suite :

- ✓ Chapitre I : les traitements thermochimiques et la projection thermique.

- ✓ Chapitre II : les techniques de caractérisation des surfaces.
- ✓ Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales.
- ✓ Chapitre IV : Résultats et interprétations.

Dans le premier chapitre, nous faisons une exposition des traitements thermochimiques et de la projection thermique et il sera consacré à des rappels théoriques.

Le deuxième chapitre représente les techniques de caractérisation des surfaces.

Le troisième chapitre a pour but de présenter la partie expérimentale dans laquelle nous avons exposé les techniques et les différents instruments et outils utilisés pour accomplir notre étude.

Les résultats, sont exposés et interprétés dans le quatrième chapitre.

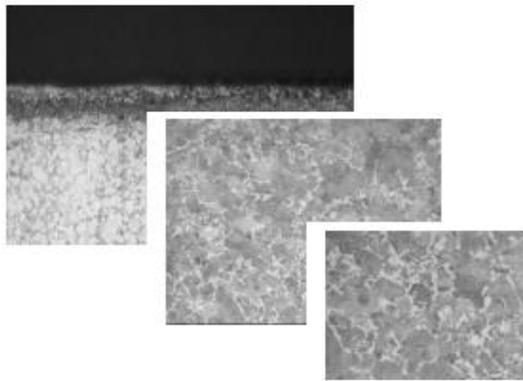
Le mémoire est clôturé par une conclusion générale.

*CHAPITRE I*

---

*Synthèse bibliographique*

*Les traitements thermochimiques et la projection thermique*



# Chapitre I

## Les traitements thermochimiques et la projection thermique

### I.1. Introduction

Les traitements de surfaces ont une grande importance industrielle suite à l'amélioration des propriétés mécaniques et chimiques des couches extérieures des pièces traitées. Ils recouvrent un ensemble d'opérations ayant pour but de modifier les caractéristiques superficielles des matériaux afin de leur conférer des propriétés spécifiques telles que la résistance à la corrosion, la résistance à l'usure ou l'amélioration de l'aspect ainsi que pour apporter une fonctionnalité à surface comme la conductivité électrique ou thermique. Plusieurs techniques sont disponibles et prennent de plus en plus d'importance dans le monde industriel. Elles sont souvent complémentaires et apportent une forte valeur ajoutée aux matériaux utilisés dans des conditions d'emplois sévères [1]. Parmi ces techniques, les traitements thermochimiques et le revêtement par projection thermique sont largement utilisés. Ces deux techniques sont l'objet de notre étude.

Les traitements thermochimiques des aciers sont employés dans le but d'améliorer leurs propriétés surfaciques. Le mécanisme essentiel est la diffusion d'une ou plusieurs espèces chimiques dans l'acier à une température généralement élevée. Dans certains cas, le processus est suivi d'une trempe et d'un revenu alors qu'il exige seulement un refroidissement à l'air dans d'autres cas. L'espèce diffusant peut être le carbone, l'azote ou le bore, ainsi les processus sont nommés cémentation, nitruration, ou boruration [2]. 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 (bain de sels) ou gazeux. Selon la nature des éléments apportés, l'opération de diffusion est suivie ou non d'un traitement thermique de durcissement par trempe provoquant la transformation austénite-martensite de la couche enrichie [3]. Un traitement thermochimique compte trois stades élémentaires :

- Un processus dont le siège est le milieu extérieur et qui assure le dégagement de l'élément diffusant à l'état atomique ;
- Un contact des atomes d'élément diffusant avec la surface de la pièce en acier et formation des liaisons chimiques avec les atomes de fer (absorption) ;
- Une pénétration de l'élément saturant en profondeur dans le métal de base, c'est à dire le stade de diffusion [4].

### I.2. La cémentation

La cémentation est un procédé thermochimique de diffusion qui consiste à enrichir la surface de l'acier en carbone à une température comprise entre 850°C et 1000°C. Cette opération est

généralement suivie d'une trempe et d'un revenu qui peuvent dans certains cas, être précédés d'un recuit d'adoucissement [5].

**Tableau I.1** : Fiche descriptive du traitement de cémentation [4].

<b>Traitement de cémentation (aussi appelé carburation)</b>
<p><b>But du traitement :</b>                      La cémentation est le plus ancien traitement thermo-chimique maîtrisé par l'homme pour augmenter la dureté superficielle des pièces en acier. Pour cela, on augmente la teneur superficielle en carbone. La diffusion est toujours suivie de trempe à l'huile pour former des structures dures de martensite dans la couche enrichie.</p>
<p><b>Champ d'application :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>❖ Pièces d'usinage contenant des éléments tels que : Cr, Mo, Ni, B.</li> <li>❖ Les arbres, les portées de roulement à bille, les engrenages, les plaques d'usure.</li> <li>❖ Aciers : 8620, 4320, 9310 et 17CrMo/ acier à faible teneur en carbone.</li> </ul>
<p><b>Cycle thermique :</b>  <b>A → B</b> : Chauffage ;  <b>B → C</b> : Plus une pièce demande une couche cémentée profonde, plus la pièce reste longtemps dans la fournaise, ce qui permet de faire diffuser plus de carbone ;  <b>C → D</b> : Pour détendre les contraintes induites par le refroidissement rapide et ajuster la dureté finale, un ou deux revenus sont toujours effectués.</p>
<p>Le diagramme illustre le cycle thermique de cémentation. L'axe vertical représente la température en degrés Celsius (0 à 1200), et l'axe horizontal représente le temps. Le cycle est divisé en plusieurs phases : un chauffage initial jusqu'à 900°C (marqué Ac<sub>3</sub>), une phase de cémentation à 900°C (indiquée par des hachures roses), une première trempe à 1000°C, un refroidissement rapide jusqu'à 700°C (marqué Ac<sub>1</sub>), une deuxième trempe à 700°C, un refroidissement rapide jusqu'à 200°C, et enfin un revenu à 200°C jusqu'à la température ambiante. Des légendes indiquent que la 1<sup>ère</sup> trempe permet de régénérer le grain et que la 2<sup>ème</sup> trempe durcit la couche de la pièce.</p>
<p><b>Technologies de chauffage :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Four sous vide</li> <li>• Four à atmosphère contrôlée</li> </ul>

- Four à bain de sel.

Quelques précautions particulières sont à retenir lors d'un traitement thermo-chimique de cémentation. Tout d'abord, un nettoyage insuffisant peut entraîner des déformations après trempe pour les raisons qui suivent. Les déformations seront d'autant plus réduites que la profondeur de cémentation et la teneur en carbone seront homogènes. Des résidus d'huile de coupe peuvent constituer un obstacle local à la diffusion du carbone, créant ainsi des points à trempabilité différente. Le soufre contenu dans ces huiles peut modifier l'équilibre thermo-chimique en abaissant le potentiel carbone. La rouille est aussi un élément qui tend à abaisser ce potentiel carbone [4].

**Tableau I.2 :** Influence de la structure des couches cimentées sur l'opération de traitement de surface [5].

<b>Microstructure et composition</b>	<b>Influence de la microstructure sur la qualité du traitement de surface</b>	<b>Solution connues en traitements thermiques et/ou traitements de surface</b>
Teneur en carbone (0.6 à 1%)	Influence néfaste croissante avec la teneur en carbone Difficultés éventuelles pour certains revêtements	Décapage (Cf. fiches «décapage») Pré-dépôts
Austénite résiduelle	Peu d'influence	Grenailage Traitement par le froid Maitrise de la teneur superficielle en carbone et des paramètres de trempe
Taille grain	Pour gros grains, risque de révéler les joints de grains ; Grains fins recommandés	Etat et nuance de l'acier Maitrise des conditions de cémentation-trempe
Oxydation interne	Difficultés éventuelles pour certains revêtements	Choix du procédé de cémentation Rectification
Carbures	Déchaussement des carbures ; gênant pour les traitements par voie humide ultérieurs	Ajustement des conditions de traitement de surface

**I.2.1. Techniques de cémentation**

Les agents de cémentation peuvent être solides, liquides ou gazeux.

**A) La cémentation en caisse**

Le principe de la cémentation en caisse est de noyer les pièces à traiter dans un ciment solide à base de charbon de bois, le tout étant maintenu dans une caisse fermée portée à la température de cémentation (900 °C et 950 °C). Le ciment est constitué de carbone amorphe, généralement du charbon de bois (provenant de bois sélectionnés, exempts d'écorces) additionné d'un

activateur, le carbonate de baryum  $BaCO_3$ . Il se présente soit sous forme de granulés reconstitués à partir d'un mélange de charbon de bois (60 à 75 %) et de carbonate de baryum (25 à 40 %) en poudre, soit sous forme de morceaux de charbon de bois finement concassés enrobés de carbonate de baryum en présence d'un lait de chaux comme fixateur. En huit heures environ, on obtient une profondeur de cémentation pouvant atteindre 1,6 mm [4]. Les ciments solides sont des mélanges à bases de matière carbonées aptes à former les gaz ou les espèces carburantes (CO). 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 de séries limitées de petites pièces [3].

### **B) Cémentation liquide**

Les ciments liquides sont à bases 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 [3].

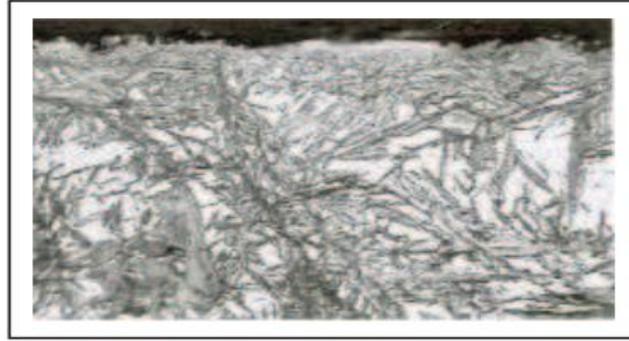
### **C) La cémentation gazeuse**

La cémentation gazeuse utilise soit le procédé à l'azote et méthanol, soit le procédé par générateur endothermique. Dans les deux cas, il se forme dans le four une atmosphère composée de monoxyde de carbone et d'hydrogène. L'opération s'effectue entre 900 °C et 950 °C et dure plusieurs heures [6].

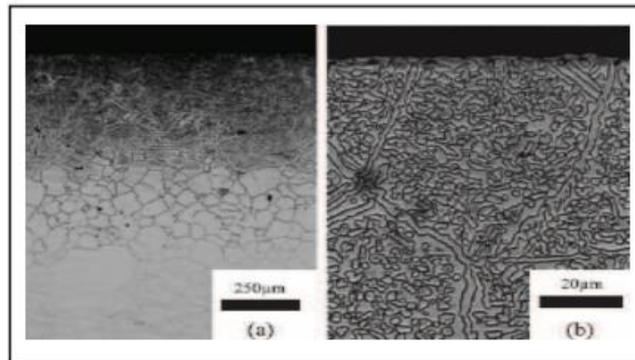
Il s'agit là d'un procédé chimique de traitement superficiel, qui améliore la dureté de la pièce par diffusion de carbone aux couches superficielles, et qui améliore aussi la résistance à l'usure et à la fatigue. Les pièces de fabrication sont maintenues à une température élevée et sont mises en contact avec une atmosphère riche en carbone, de telle sorte que le carbone puisse se diffuser dans les couches superficielles de la pièce. Ce procédé est généralement réalisé dans un four de trempe sous atmosphère au sein duquel les pièces sont immédiatement trempées après le procédé de diffusion pour transformation martensitique.

Les conditions pour produire une atmosphère de potentiel carbone sont générées en ajoutant du gaz enrichi (gaz naturel ou de l'air dilué sur un gaz porteur endothermique pouvant être constitué à 40 % d'azote – 40 % d'hydrogène – 20 % de monoxyde de carbone (CO) – et moins de 0,1 % de dioxyde de carbone ( $CO_2$ ) [4].

Enfin, la cémentation gazeuse permet de contrôler très exactement la profondeur de cémentation et elle est plus rapide que la cémentation en caisse, car le temps nécessaire pour chauffer le matériel se trouve économisé. Autre avantage, la cémentation peut être suivie par un cycle de diffusion au cours duquel il n'y a pas admission de gaz, ce qui fait baisser la teneur du carbone en surface et permet d'obtenir une meilleure graduation de la couche de cémentation. Ce procédé nécessite toutefois des investissements importants et son emploi ne peut donc être envisagé que pour des traitements de grandes séries de pièces [7].



**Figure I.1 :** Austénite résiduelle dans une couche cémentée et durcie par trempe [4].



**Figure I.2 :** Micrographie d'une couche cémentée par plasma pendant 2 h d'un acier SUS 316 L [7].

#### **D) La cémentation « basse pression »**

Les cémentations « basse pression » et « assistée plasma ou ionique » sont utilisées pour le traitement de petites ou moyennes pièces. Elles permettent d'obtenir une bonne qualité de la couche cémentée qui conduit, grâce à l'absence d'oxydation interne, à des caractéristiques de tenue en fatigue supérieures à celles obtenues avec les autres procédés. Il est possible de le réaliser par ce procédé des surcarburations (résistance à l'usure) [4]. Il s'agit d'un procédé relativement moderne utilisé pour cémenter les pièces dans un environnement sans oxydant. Le procédé est réalisé à température élevée dans un four à vide utilisant des gaz pulsés d'hydrocarbure tels que le propane, l'éthylène et l'acétylène en tant que milieu de cémentation. Les avantages principaux sont les suivants : une surface sans oxydant (IGD), une faible distorsion, une bonne finition, une bonne pénétration pour les formes complexes et les trous, des performances de traitement régulières et des temps de traitement améliorés. Ce procédé ne s'applique pas à tous les aciers ; il est principalement utilisé pour les pièces d'injection et de transmission dans les secteurs de l'automobile et de l'aérospatial. Étant donné la pression de trempe relativement faible, le traitement n'est pas universellement appliqué à tous les types d'alliages et d'aciers [8]. Il existe toutefois des fours sous vide avec trempe à l'huile, et qui sont de plus en plus populaires en termes d'utilisation pour l'exécution de ce traitement.

### I.2.2. Profondeur conventionnelle de cémentation

La profondeur conventionnelle de cémentation est définie par la distance entre la surface et la couche dont la dureté Vickers est  $HV = 550$  lorsqu'on la mesure sous une charge de  $9.807\text{ N}$ . Cette profondeur dépend donc du profil de la teneur en carbone, du degré de transformation martensitique des divers points de la couche enrichie et de la présence éventuelle d'austénite résiduelle [3].

La profondeur de cémentation est plus grande après un long temps de maintien et un potentiel élevé de carbone produit une quantité élevée de carbone en surface. Le choix de l'atmosphère a également une grande influence sur le processus de cémentation. Les différentes atmosphères employées dans l'industrie de cémentation impliquent la dissociation des composants de l'atmosphère en surface de l'acier ; ainsi le carbone libéré est aisément dissous par la phase d'austénite et peut diffuser dans la pièce [9]. En outre, certains éléments d'alliage peuvent agir d'une manière sensible sur la vitesse de diffusion du carbone au cours de la cémentation [10].

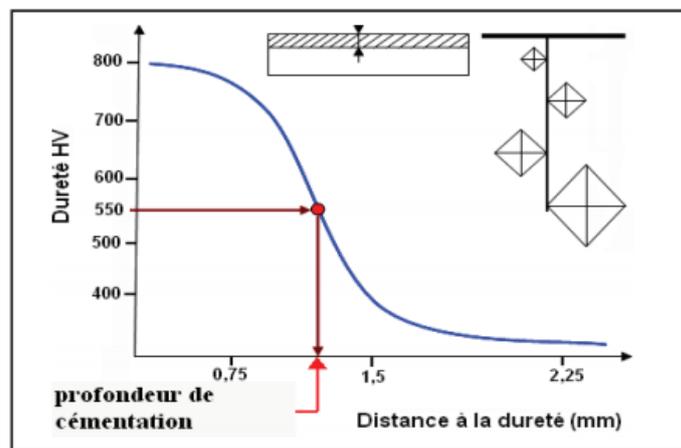


Figure I.3 : Profondeur conventionnelle de cémentation [10].

### I.2.3. Mécanisme de la formation de la couche cémentée

La cémentation est basée essentiellement sur la diffusion du carbone dans l'acier et elle n'est possible que lorsque le carbone se trouve à l'état atomique, obtenu, par exemple par dissociation des gaz contenant du carbone sous forme de  $\text{CO}$ ,  $\text{CH}_4$ ... etc. Le carbone atomique absorbé par la surface de l'acier diffuse vers l'intérieur du métal. La progression de la diffusion vers l'intérieur est plus facile dans la ferrite que dans l'austénite à cause de l'énergie d'activation de l'austénite qui est plus élevée. Aux températures de l'existence de la ferrite (au-dessous du point  $A_1$ ), la cémentation ne se fait pas par suite d'une faible solubilité du carbone dans le fer  $\alpha$ . La cémentation est réalisée généralement aux températures supérieures au point  $AC_3$  ( $920$  à  $950^\circ\text{C}$ ) qui rendent l'austénite stable, dissolvant en quantité le carbone. Pendant la cémentation, les atomes de carbone diffusent dans le réseau du fer  $\gamma$ . Lorsque la limite de saturation de l'austénite en carbone, déterminée par la ligne SE du diagramme Fe-Fe $_3\text{C}$  est atteinte, les conditions favorisent la formation à la surface d'une couche de cémentite continue. Dans les conditions réelles, il est rare qu'on observe la formation d'une couche de cémentite continue à

la surface. Dans les conditions courantes, la cémentation au-dessus du point AC3, ne forme que l'austénite qui se décompose après refroidissement lent en précipitant la ferrite et la cémentite. Dans ces conditions un refroidissement lent produit trois zones dans la structure de la couche cémentée (fig. I.4).

1. Hypereutectoïde constituée de perlite et de cémentite secondaire formant un réseau suivant l'ancien grain d'austénite.
2. Eutectoïde constitué de perlite lamellaire.
3. Hypoeutectoïde constituée de perlite et de ferrite.

L'épaisseur de la couche cémentée diminue avec l'augmentation de la concentration en carbone dans l'acier. Pour un acier à  $\leq 0,17\% \text{ C}$ , elle est de 15 % de l'épaisseur soumise à la cémentation, pour les aciers à  $> 0,17\% \text{ C}$ , elle est de 5 à 9 %. Le plus souvent, l'épaisseur de la couche varie de 0,5 à 2 mm et la concentration en carbone dans la couche superficielle doit être de 0,8 à 1,0 %. Des concentrations plus élevées dégradent les propriétés mécaniques de la pièce cémentée. Les éléments d'alliages influent fortement sur la structure de la couche cémentée, le mécanisme de sa formation est la vitesse de diffusion. Le chrome et le tungstène diminuent le coefficient de diffusion du carbone dans l'austénite, car ils augmentent l'énergie d'activation, mais en renforçant la concentration du carbone à la surface, augmente quelque peu, la profondeur de cémentation. Le nickel au contraire accroît la vitesse de diffusion mais diminue la concentration du carbone à la surface et donc la profondeur de cémentation. Le manganèse n'exerce presque aucune action sur le coefficient de diffusion, accroît la concentration du carbone à la surface et augmente donc quelque peu la profondeur de cémentation [11].

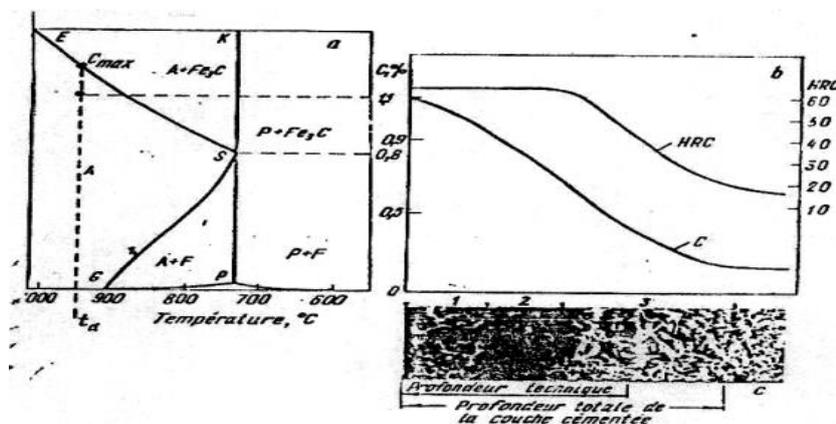


Figure I.4 : Profondeur de la couche cémentée [11].

#### I.2.4. Aciers de cémentation

Ce sont des aciers à grain fin et à basse teneur en carbone [3]. Les aciers de construction non alliés et alliés spéciaux pour cémentation se classent en six familles indiquées dans le tableau suivant :

types d'aciers	Nuances
Aciers au carbone	C10-C12-C18
Aciers au manganèse-chrome	16MoCr5-20MoCr5
Aciers au chrome-molybdène	18CrMo4
Aciers au nickel-chrome	10NCr6-16NiCr6- 20NiCr6- 14NiCr11
Aciers au nickel-chrome- molybdène	20NiCrMo2-18NiCrMo6
Aciers au bore	21Bo3-20MoBo5- 19NiCrMoBo2

**Tableau I.3 :** Les nuances des aciers de cémentation [3].

### I.2.5. Traitements thermiques après cémentation

Pour donner aux pièces leurs propriétés finales, on les soumet après cémentation à des traitements thermiques dont le but est :

- De corriger la structure et d'affiner le grain au cœur et dans la couche cémentée.
- D'obtenir une dureté élevée de la couche cémentée et de bonnes propriétés mécaniques de cœur.
- D'éliminer le réseau de carbure dans la couche cémentée, qui peut apparaître par suite de la sursaturation en C [12].

Le traitement thermique conduit la couche cémentée à une structure composée de martensite d'une certaine quantité d'austénite résiduelle et des carbures. L'opération terminale des pièces ayant subi la cémentation est un revenu à basse température à 160 ou 180 °C, transforme la martensite de trempe de la couche superficielle en martensite de revenu assurant ainsi un adoucissement. Dans le cas d'une trempe d'aciers fortement alliés, la structure de la couche cémentée garde en quantité (jusqu'à 50%) de l'austénite résiduelle qui altère la propriété de dureté. Après trempe, ces aciers sont traités à froid contribuant à la transformation de la plus grande partie de cette austénite en martensite. La quantité d'austénite résiduelle peut être diminuée en réduisant la quantité de carbone dans la couche ou en ajoutant dans le four, avant l'achèvement du processus, de l'ammoniac pour former des nitrures des éléments d'alliages. La cémentation suivie d'un traitement thermique élève la limite de fatigue des pièces par suite de la formation dans la couche cémentée de contraintes résiduelles de compression importantes. La limite à la fatigue peut être encore élevée par écrouissage réalisé par grenailage [12].

### I.2.6. Propriétés des pièces cémentées

Les propriétés de surface conditionnent la tenue des pièces en frottement (usure et fatigue). On cherche généralement à réaliser des couches superficielles de propriétés particulières (notamment de dureté élevée) s'appuyant sur un cœur peu fragile (donc moins dur) donnant à la pièce dans son ensemble une combinaison exceptionnelle de propriétés (résistance au frottement, à l'usure, à la fatigue et une bonne ténacité). On rencontrera donc très souvent, la macrostructure suivante :

- Une couche superficielle présentant, en général, une dureté élevée ( $\approx 700$  HV ou plus) et des contraintes résiduelles de compression importantes (plusieurs centaines de MPa). L'épaisseur de cette couche peut varier de 0,1 à plusieurs millimètres.
- Un cœur constituant la partie restante de la pièce avec une dureté beaucoup plus faible (inférieure en général à 400 HV).

La formation de carbure est favorisée par la température de revenu à  $200^\circ\text{C}$ . Il a été rapporté que l'acier cémenté et revenu à cette température acquiert des propriétés mécaniques excellentes [13]. En contrepartie selon Christiansen et al. [14], la décomposition de l'austénite qui a permis la précipitation des carbures de chrome se traduira. Par conséquent, à la rétraction du chrome de la solution solide. Ainsi, les propriétés favorables de la résistance à la corrosion de l'acier seront affectées.

Les difficultés de traitements de surface de pièces cémentées proviennent essentiellement de la présence de graisses ou huiles difficilement éliminables à la surface des pièces dont l'origine peut être en amont du traitement thermique (huiles silicones) ou imputable au traitement lui-même (trempe après cémentation).

### **I.3. la nitruration**

La nitruration est un traitement thermo-chimique qui consiste à diffuser de l'azote dans la surface de matériau à traité, généralement un acier. Les températures de traitement sont comprises entre  $450^\circ\text{C}$  et  $600^\circ\text{C}$  et dépendent de la nuance de l'acier traité et du procédé utilisé pour diffuser l'azote. Le durcissement s'effectue au cours du traitement de nitruration [15]. Le durcissement superficiel est obtenu par réaction de l'azote et de certains alliages ferreux (fer + ammoniac, constitué d'hydrogène et d'azote, le tout chauffé à  $550^\circ\text{C}$ ). L'azote en présence forme des nitrures de fer, ce qui provoque une augmentation de la dureté. L'acier traité doit contenir de l'aluminium car celui-ci limite la pénétration des nitrures. L'agent nitrurant peut être liquide (bains de sels fondus), solide (poudres) ou un gaz. Dans ce dernier, l'azote est actif à l'état atomique (nitruration gazeuse) ou à l'état d'ions dans un plasma (nitruration ionique) [3].

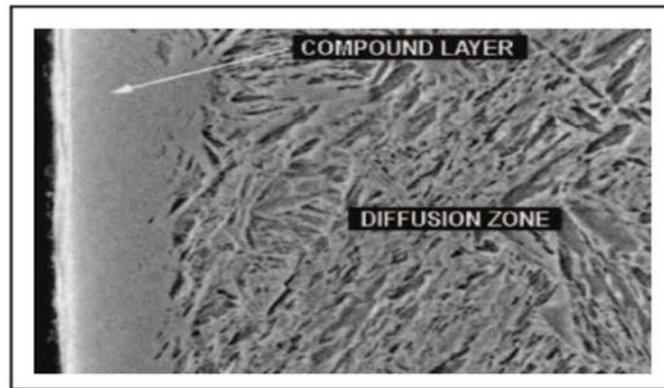
La couche nitrurée garde sa dureté jusqu'aux températures  $500$  à  $550^\circ\text{C}$ , alors que la dureté d'une couche cémentée à structure martensitique ne subsiste qu'à  $200$  ou  $225^\circ\text{C}$ . Elle est très employée dans le cas des arbres des machines-outils de précision, des cylindres des moteurs puissants ...etc. [11].

#### **I.3.1. Mécanisme de la formation de la couche nitrurée**

Les alliages fer-azote forment différentes phases et parmi elles, la phase  $\text{Fe}_4\text{N}$  (nitrure de fer), avec une teneur en azote de 6,10 %, c'est un corps très dur mais fragile. La présence du chrome, de l'aluminium et du molybdène dans l'acier permet la formation des nitrures de ces éléments qui augmentent effectivement la dureté des pièces nitrurées jusqu'à 1200 HV. Les aciers pour nitruration contiennent généralement les éléments d'alliages Al (1,5 %), Cr (1,65 %), Ni (2 %), Mo (0,3 %) et du carbone (0,35 à 0,45 %). Les éléments d'alliages, s'ils augmentent la dureté, ils diminuent simultanément l'épaisseur de la couche nitrurée. Cette action est faite surtout dans le cas de l'addition de W, Ni, Cr, Mo. La nitruration est destinée aussi à certaines fontes, qui contiennent également du Cr et Al. Les fontes subissent avant nitruration une trempe et un revenu pour leur donner une structure dure et tenace. La durée de nitruration varie en fonction

de l'épaisseur de la couche à obtenir, par exemple 10 heures (0,1 mm) et 70 heures (0,5 mm). Plus la température de nitruration est élevée, plus la dureté de la couche nitrurée est faible et son épaisseur est grande [11].

Il est avantageux d'obtenir une couche nitrurée de 0,3 à 0,6 mm d'épaisseur. La durée de nitruration dans ce cas est grande, elle varie de 24 à 90 heures et se fait à des températures de 500 ou 520°C. Pendant la nitruration en azote, l'augmentation du volume de la couche superficielle change quelque peu les dimensions de la pièce. La déformation devient plus importante avec l'élévation de la température de nitruration et de l'épaisseur de la couche. La nitruration n'est suivie d'aucun traitement thermique, ce qui permet d'éviter toute oxydation du métal et toute déformation des pièces.



**Figure I.5 :** Micrographie d'un acier H11 nitruré [11].

La nitruration présente beaucoup d'avantages par rapport à la cémentation notamment : la grande dureté qui se conserve jusqu'à 500°C, maximum de résistance à l'usure et une certaine résistance à la corrosion). Par contre, la nitruration coûte plus chère que la cémentation et présente un léger gonflement de la couche nitrurée dont il ne faut pas négliger.

### **I.3.2. Techniques de nitruration**

#### **A) Nitruration gazeuse**

Elle s'opère avec un courant d'ammoniac gazeux qui se dissocie partiellement en présence du fer qui joue le rôle de catalyseur.

#### **B) Nitruration liquide**

Elle s'effectue à une température de 570°C pendant 0,5 à 3 heures dans un bain de cyanures alcalins (60% NACN et 40% KCN), par lequel on fait passer de l'air sec. La basse température fait que l'azote fourni par la décomposition des cyanures est pratiquement le seul à diffuser dans l'acier. Après nitruration les pièces sont refroidies à l'air ou à l'huile. Ce traitement produit à la surface de l'acier une fine couche superficielle carbonitrurée (7 à 8  $\mu\text{m}$ ) de  $\text{Fe}_3(\text{N}, \text{C})$ .

#### **C) Nitruration en caisse**

Ce procédé présente l'avantage d'un faible changement de dimensions et l'absence du grandissement des pièces. Ses inconvénients sont la toxicité et le prix élevé des cyanures. Pour

la pratique de la nitruration, les pièces à nitrurer doivent subir au préalable un traitement thermique (trempe + revenu) pour obtenir le maximum de résilience et bien sûr, leur usinage doit être aussi effectué avant l'opération de nitruration ensuite, elles sont placées dans des caisses fermées hermétiquement Figure 1.6. [11]. Les caisses sont ensuite placées dans un four porté à 525°C pendant un temps nécessaire pour obtenir la couche nitrurée d'épaisseur satisfaisante. La vitesse d'augmentation de la couche nitrurée est de 0,04 mm/heure. L'opération peut durer plusieurs dizaines d'heures. Le courant gazeux  $NH_3$ , envoyé sous pression de 10 à 20 mbar, fait baigner les pièces.

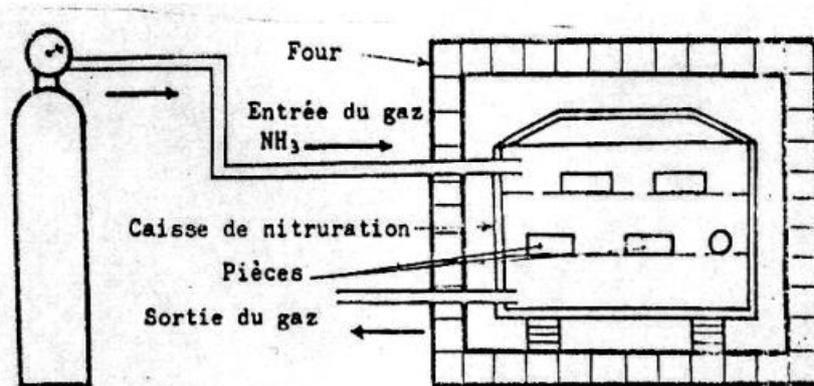


Figure I.6 : Nitruration en caisse [11].

Les parties ne devant pas être nitrurées, sont préalablement traitées à l'étain. Après nitruration, la couleur des pièces tend vers le blanc à cause de la faible température, elles sont dépourvues de déformation.

#### D) La nitruration ionique

La nitruration ionique est obtenue dans une décharge lumineuse, 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 ( $N_2 + NH_3$ ) 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 (fig. I.7). La décharge lumineuse est établie entre la cathode (pièce) et l'anode, et les ions du gaz, en bombardant la surface de la cathode, la portent à la température de saturation. Le processus est réalisé en deux étapes, nettoyage de la surface par pulvérisation cathodique puis réalisation directe de la saturation.

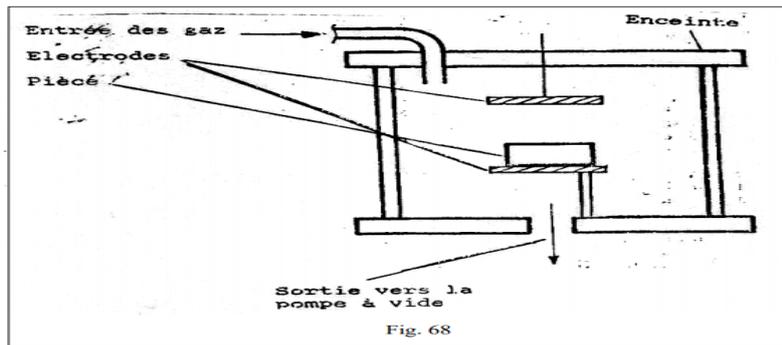


Figure I.7 : Nitruration ionique [11].

**I.3.3. 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 le 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. Le tableau suivant rapporte les principales nuances de nitruration et leurs caractéristiques [11].

Nuances	Dureté HV
XC 38	800
35 CD 4	900
30 CD 12	1000
30 CAD 6 – 12	1300
Z 6 CN 18 – 09	1200

Tableau I.4 : Nuances d'aciers nitrurés avec les duretés HV [11].

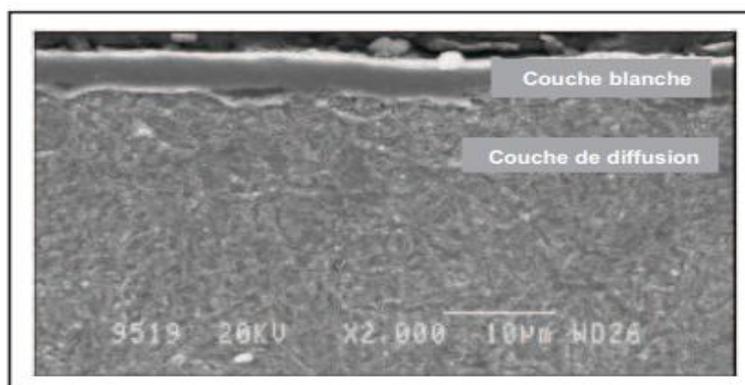


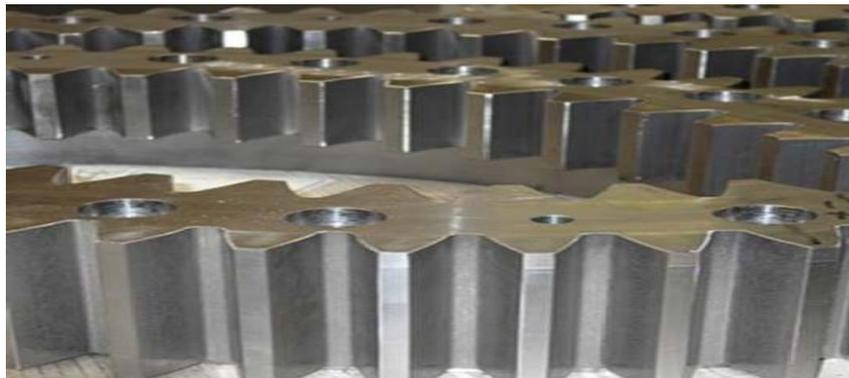
Figure I.8 : Microstructure d'un acier à outils de travail à chaud subit

un traitement de nitruration [11].

Les difficultés de traitements de surface de pièces nitrurées proviennent essentiellement du faible surtension d'hydrogène sur l'acier nitruré, présence de graisses ou huiles difficilement éliminables à la surface des pièces dont l'origine être en amont du traitement thermique (huiles silicones) ou imputable au traitement lui-même (trempe-revenu effectué avant nitruration) et de présence de graisses décomposées lors du traitement thermique. Pour éviter ce problème, les pièces portées à haute température doivent être impérativement nettoyées avant traitement thermique [11].

#### I.4. La boruration

La boruration est un traitement thermochimique pour métaux ferreux [5]. C'est une saturation de la couche superficielle de l'acier en bore par diffusion de ce dernier en milieu pulvérulent et à une température supérieure à AC3. Le bore permet d'obtenir des borures, de type FeB ou Fe<sub>2</sub>B, qui assurent une dureté très élevée (1800 à 2000HV), une bonne tenue à l'usure et à la corrosion. La boruration est effectuée par électrolyse des sels fondus contenant du bore. Le bain de bore Na<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>7</sub> fondu sert de cathode où sont placées les pièces à traiter. La température de saturation est de 930 à 950°C et la durée de séjour est de 2 à 6 heures. La boruration peut être aussi effectuée sans électrolyse dans des bains de chlorures fondus (NaCl, BaCl<sub>2</sub>), auxquels on ajoute du ferro-bore (20 %) ou du carbure de bore (10 %) pulvérulents [11].



**Figure I.9 :** Couche de boruration sur un engrenage [11].

Le traitement est idéal pour les pièces qui sont exposées simultanément à l'usure abrasive et adhésive, avec des exigences de résistance à la corrosion élevées. En principe tous les métaux ferreux sont applicables à la boruration, il est cependant important de noter que la teneur de silicium doit être max. 1 % et celle de l'aluminium doit être < 0,005 %. Le grand avantage de la boruration est l'obtention d'une dureté de surface qui est 3 x plus élevée que dans l'état non traitée et 2 x plus dur que la nitruration ou la trempe. La résistance contre le soudage à froid (frottement/grippage des matériaux) sera moins bonne. La résistance à la corrosion reste raisonnable dans les milieux alcalins et acides non oxydants, et bonne résistance à la cavitation [10]. La boruration est appliquée aux pièces employées dans l'industrie pétrolière, bagues de pompes à boue, les matrices et estampes pour le formage à chaud. La boruration est un procédé que peuvent subir tous les aciers, car elle confère aux pièces une grande résistance à l'abrasion et à l'usure [11].

Substrat	Phases présentes	Valeurs de microdureté Vickers
Fer	FeB	1900-2100
	Fe <sub>2</sub> B	1800-2000
Cobalt	CoB	1850
	Co <sub>2</sub> B	1500-1600
Nickel	Ni <sub>4</sub> B <sub>3</sub>	1600
	Ni <sub>2</sub> B	1500
	Ni <sub>3</sub> B	900
Molybdène	Mo <sub>2</sub> B	1660
	MoB <sub>2</sub>	2400-2700
Titane	TiB	2500
	TiB <sub>2</sub>	3370
Tungstène	W <sub>2</sub> B	2700
	WB	2700
	W <sub>2</sub> B <sub>5</sub>	2700
Niobium	Nb <sub>2</sub> B <sub>2</sub>	2600-3000
	NbB <sub>4</sub>	2600-3000
Tantale	Ta <sub>2</sub> B	3200-3500
	TaB <sub>2</sub>	2500

**Tableau I.5 :** Phases présentes et les duretés des borures de certains métaux de transition [11].

#### I.4.1. Les différents procédés de boruration

##### A) La boruration en milieu gazeux

La boruration en milieu gazeux s'effectue par la décomposition ou la dissociation thermique des composés les plus utilisés dans ce procédé sont le diborane (B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>), les halogénures de bore (BF<sub>3</sub>, BCl<sub>3</sub>, BBr<sub>3</sub> ...etc.) et les composés organiques du bore ((CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>B, (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>B ...etc.). Les composés généralement utilisés dans ce procédé sont les suivants :

**1) Le diborane (B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>) ;** Le mélange de diborane –hydrogène (B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>-H<sub>2</sub>) permet d'obtenir des couches de borure de qualité satisfaisante. En raison de la toxicité et de l'inflammabilité du diborane, ce procédé est moins utilisé dans l'industrie.

**2) Composés organiques à base du bore ;** Les composés les plus utilisés sont le triméthyl de bore (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>B et le triéthyl de bore.

(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>B. Ces composés sont très riches en carbone, leur utilisation provoque couramment la cémentation des aciers traités, ce qui conduit à des couches borurées de qualité réduite.

**3) Les halogénures du bore (BF<sub>3</sub>, BCl<sub>3</sub> ou BBr<sub>3</sub>)** La boruration avec les halogénures du bore s'accompagne d'une corrosion importante des surfaces des pièces traitées. Ce qui engendre des couches borurées moins compactes et présentant des porosités [10].

Les composés gazeux de bore n'ont pas connu de grand succès à l'échelle industrielle à cause des certains problèmes :

- Le diborane est un produit toxique et inflammable.
- Les halogénures de bore conduisent à une corrosion importante de l'acier traité ce qui conduit à des couches de borures non compactes
- La teneur élevée en carbone des composés organiques de bore conduit à une carburation des aciers traités, ce qui diminue la qualité des couches de borures obtenues.

## B) La boruration en milieu liquide

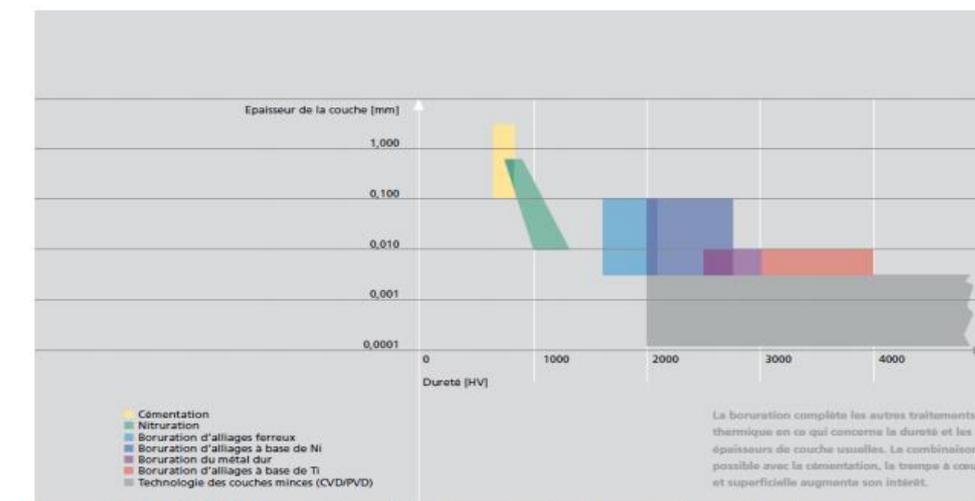
Dans un milieu liquide, la libération de bore qui se dirige vers la surface de la pièce traitée nécessite la réduction chimique du composé porteur de bore. Cette réduction peut s'effectuer soit par voie électrochimique sous une tension appliquée, soit par voie chimique par l'addition d'un agent réducteur au milieu de boruration. Les sels utilisés dans les traitements de boruration avec ou sans électrolyse ont été décrit par plusieurs chercheurs et conduisent généralement à des couches bourrées très épaisses d'une bonne qualité [16]. Toutefois, il faut signaler que ces bains présentent des difficultés de nettoyage de la pièce traitée après boruration

## C) La boruration en milieu solide

### 1) Technique des poudres

En raison de sa simplicité et de la propreté des pièces qu'elle produit, la boruration dans des poudres est la technique la plus utilisée actuellement dans la plupart des pays industrialisés. Cette technique consiste à emballer les pièces à traiter dans [des fours à moufles. Les poudres de boruration ayant généralement une mauvaise conductibilité thermique des temps relativement importants doivent être considérés pour l'homogénéisation de la température [17]. Les mélanges de poudres de compositions chimiques ci-dessous sont les plus utilisés à l'échelle industrielle [18] :

- 5% B<sub>4</sub>C, 90%SiC, 5%NaBF<sub>4</sub>
- 5% B<sub>4</sub>C, 90%SiC, 5%KBF<sub>4</sub>
- 50% B<sub>4</sub>C, 45%SiC, 5%KBF<sub>4</sub>
- 85% B<sub>4</sub>C, 15%Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- 95% B<sub>4</sub>C, 5%Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- 84%B<sub>4</sub>C, 16%Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>.



**Figure I.10 :** Relation entre l'épaisseur de la couche et la dureté pour des différents traitements thermo-chimiques [18].

## 2) Technique de pâtes

Ces techniques sont surtout utilisés pour la boruration partielle et pour la boruration de grosses pièces qui sont difficiles à traiter par la technique des poudres. Les pièces à bourrer sont couvertes de pâte de boruration puis chauffés par induction ou par effet Joule ou enfournés des fours conventionnels. Dans le cas d'une boruration partielle, les zones à ne pas bourrer sont protégées par les dépôts électrolytiques de cuivre ou autres produits qui empêchent la diffusion du bore et ralentie la corrosion à haute température.

Les pâtes de boruration se composent de deux constituants :

1-Un constituant solide contenant une source riche en bore (carbure de bore, Ferro bore, bore amorphe), un activateur (cryolite ou fluor borates) et un diluant inerte (alumine ou carbure de silicium).

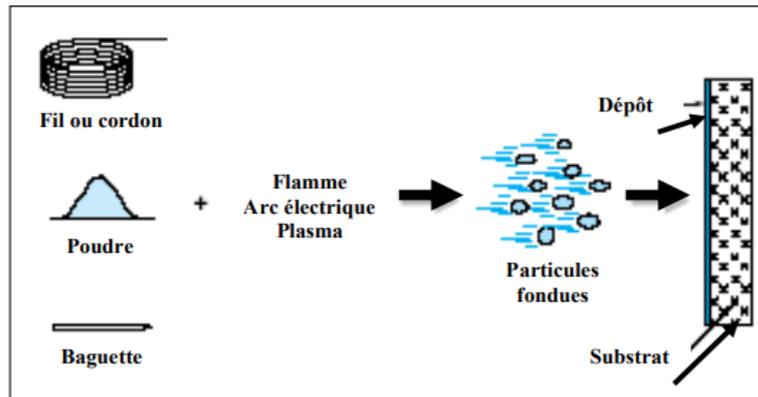
2-Un liant liquide de nature organique (méthyle, cellulose ou nitrocellulose dissoute dans l'acétate de butyle) [19].

### I.5. La projection thermique

La projection thermique fait partie des techniques de traitement de surface par voie sèche. Cette technique regroupe un ensemble de procédés utilisés pour réaliser des revêtements épais (quelques dizaines de micromètres à quelques centaines généralement) de nature très variées sur des substrats (pièce à revêtir) tout aussi variés [20]. Le revêtement par projection thermique est un des méthodes les plus efficaces pour protéger les nouvelles pièces de l'usure, de la corrosion à haute température, de l'érosion et pour fournir des revêtements durs et denses, ainsi la durée de vie du matériau est augmentée. Actuellement, la projection thermique est une technologie bien établie pour l'application de revêtements durs et protecteurs dans de nombreux secteurs industriels clés, notamment l'aérospatiale, l'automobile, la production d'énergie, la pétrochimie et l'offshore. Ces dernières années, les améliorations apportées aux équipements et à la qualité des revêtements projetés thermiquement à permet de franchir de nouveaux secteurs industriels comme le biomédical diélectrique et l'électronique. Des barrières thermiques, les revêtements protecteurs, résistants à l'usure et à la corrosion peuvent être réalisés par projection thermique. Ces revêtements trouvent une application dans secteur du pétrole et le gaz, aérospatiale, centrales électriques, textile, traitement des minéraux, industries chimiques et papetières. Cette technique est très adaptée pour revêtir les grandes surfaces. Les Composants petits, profonds et très complexes sont difficiles à revêtir.

#### I.5.1. Principe du procédé

La projection thermique consiste à utiliser une source de chaleur (flamme, arc électrique, plasma) pour fondre un matériau d'apport ou le porter à l'état pâteux, puis le projeter sur la surface à revêtir sur laquelle il se solidifie (fig. I.11). La matière à déposer, sous forme de poudre, de fil, de cordon ou de baguette est fondue totalement ou partiellement dans une source de chaleur. Un gaz vecteur permet une pulvérisation de la matière, et le transport des gouttelettes ainsi formées qui heurtent, s'étalent et se solidifient sur la surface à revêtir, formant un dépôt par empilements successifs.



**Figure I.11** : Schéma de principe de la projection thermique [21].

Plusieurs techniques de projection sont disponibles, les plus utilisés sont à la flamme, l'arc électrique, projection plasma et projection à haute vitesse HVOF.

### **I.5.2. Les impacts potentiels de la projection thermique dans le secteur manufacturier**

Les revêtements par projection thermique s'avèrent une avenue peu coûteuse permettant :

- De réduire l'impact des phénomènes de corrosion dans l'aviation, la marine, les véhicules en général ainsi que dans le domaine des ponts et chaussées.
- De protéger à bas coûts une multitude de produits industriels.
- De réduire la consommation énergétique de plusieurs équipements/instruments.
- De créer de l'emploi dans le secteur manufacturier [21]

## CHAPITRE II

*Synthèse bibliographique*

*Les techniques de caractérisation de surface*



## Chapitre II

### Les techniques de caractérisation des surfaces

#### II.1. La dureté

Le terme dureté est employé pour désigner une propriété mécanique des matériaux associée à la résistance à la déformation plastique de la surface. Ainsi, la dureté est la capacité d'un matériau à résister à la pénétration d'un autre matériau plus dur. Elle est aussi déterminée par sa résistance aux rayures. Le diamant constitue le matériau le plus dur. Les aciers à haute teneur en carbone sont durs, tandis que l'aluminium est de faible dureté [22].



**Figure II.1 : Essai de dureté [22].**

La dureté d'une surface résulte directement des forces interatomiques agissant à la surface du matériau. Il y a donc une connexion directe entre la dureté et d'autres propriétés mécaniques de cette surface. Dans beaucoup de corps, la structure de la surface diffère notablement de celle de l'intérieur, c'est le cas par exemple des aciers trempés en surface. Si par contre, la composition et la structure du matériau sont uniformes, la surface constitue une couche d'une épaisseur de quelques atomes seulement et elle peut perdre beaucoup de son importance pour la dureté. Dans les procédés habituels de mesure de dureté, on traverse cette mince couche superficielle ce que l'on mesure est en effet la dureté de l'intérieur du matériau. Par conséquent, en raison de la connexion entre la dureté et les autres propriétés mécaniques, la dureté mesurée à la surface peut servir d'indication sur la résistance totale. Les mesures de dureté sont parmi les plus aisées à faire et sont très employées, dans des buts très divers (caractérisation des métaux et d'alliages

par dureté et choix de matériau pour la protection contre diverses formes d'usure). Cependant, le fait que la dureté est avant tout une propriété superficielle, ne doit pas être perdue de vue. Toutes les mesures de dureté sont faites à la surface ou à proximité de celle-ci, contrairement aux autres mesures de résistance mécanique, qui se font sur la masse du matériau [4].

**II.1.1. L'essai de dureté**

L'analyse des essais de dureté est un des sujets les plus étudiés depuis que l'on s'intéresse aux propriétés mécaniques de surfaces des matériaux. Le principe de cet essai de dureté est le suivant : un pénétrateur supposé indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester sous une charge donnée. Cette empreinte est ensuite mesurée pour calculer la dureté définie comme la charge appliquée divisée par l'aire de l'empreinte (fig. II.2). Cette notion de dureté dite par pénétration a été introduite initialement par Brinell [23].

**II.1.2. Mesure de la dureté**

Il existe différents essais de dureté correspondant à différentes géométries d'indenteur. Les plus connus sont les essais, Brinell, Rockwell, Vickers et knop (Fig. II.3). Les différents types de mesures de dureté ont été développés indépendamment les uns des autres et doivent être considérés comme correspondant à des caractéristiques sans lien entre elles. Toute fois pour éviter toute comparaison illicite entre les valeurs de dureté, certains essais sont plus recommandés que d'autres. Citons, par exemple, l'essai Rockwell pour les matériaux très durs (Carbures, Acier trempé...etc.) [24].

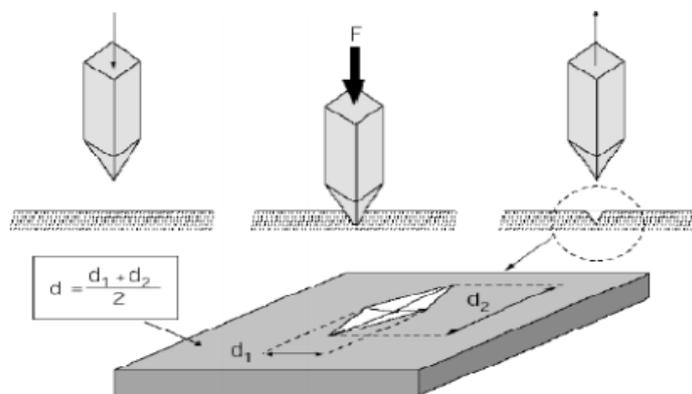


Figure II.2 : Essai de dureté par indenteur à pointe pyramidale [23].

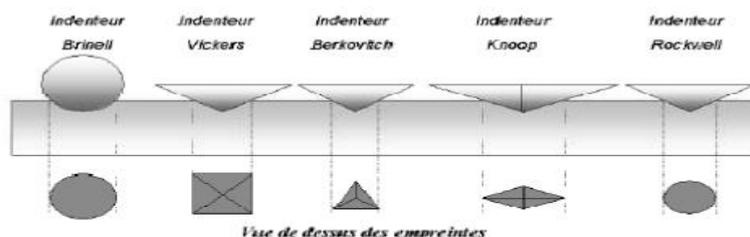


Figure II.3 : Principaux indenteur [24].

La normalisation et l'utilisation massive de ces essais ont amené la dureté à être considérée comme une caractéristique mécanique des matériaux au même titre que le module de Young ou la limite d'écoulement. Cette notion de dureté semble très simple à appréhender puisqu'elle fait appel au sens élémentaire du toucher. En effet, pour évaluer la dureté d'un matériau, chacun d'entre nous aura le réflexe d'exercer une pression pour sentir sa résistance [25]. La technique conventionnelle d'indentation repose sur la mesure de la résistance opposée à la pénétration d'un indenteur en diamant. Le duromètre génère dans le matériau à tester une empreinte résiduelle dont les dimensions sont corrélées à la valeur de la dureté. Son estimation passe soit par la mesure de la diagonale de l'empreinte (Vickers), du diamètre de celle-ci (dureté Brinell) soit par sa profondeur (Rockwell). Généralement le duromètre comprend la porte indenteur, le système d'avance ainsi que la régulation électronique et le système optique. Les charges sont appliquées grâce à un système de leviers et de poids fixes. La plage de mesure est limitée et discrète. Le système comprend un moteur électrique intégré qui assure le positionnement de l'indenteur puis l'application de la force. L'optique est ensuite basculée afin de projeter l'empreinte résiduelle sur le verre dépoli. L'optique se compose du dispositif de projection et de l'éclairage, l'empreinte est projetée sur le verre dépoli. En tenant compte de la charge appliquée et du grossissement, le système est capable d'évaluer la taille de l'empreinte et donc de déterminer la dureté. Les duromètres conventionnels diffèrent du point de vue gamme de la charge. Contrairement aux matériaux ductiles qui peuvent être testés avec de grandes charges (macro dureté), les matériaux fragiles tels que les verres peuvent subir des microfissures au-delà d'un seuil de charge. Dans ces cas (matériaux fragiles), on est contraint d'utiliser des indenteur pointus (Vickers) pour pouvoir obtenir facilement des empreintes et se limiter à des petites charges (micro dureté ou nano dureté) pour éviter la présence de fissures.

### II.1.3. Microdureté Vickers

L'essai de dureté Vickers est une méthode d'essai polyvalente utilisée tant pour la microdureté que la macrodureté. Il est adapté à une large gamme de charges et convient pour une vaste gamme d'applications et de matériaux. Le test de dureté Vickers est souvent considéré comme plus facile à utiliser que les autres essais de dureté : le processus peut être exécuté sur un appareil d'essai universel de microdureté ; les calculs nécessaires sont indépendants de la taille du pénétrateur, le même pénétrateur (un diamant pyramidal) peut être utilisé pour tous les matériaux indépendamment de leur dureté.

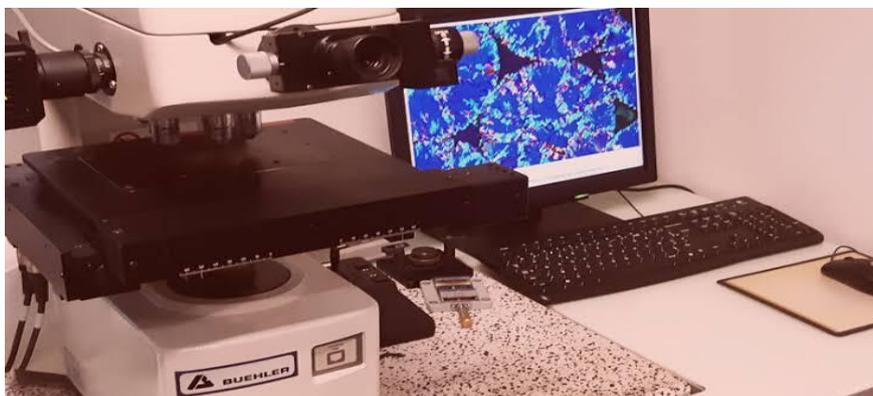
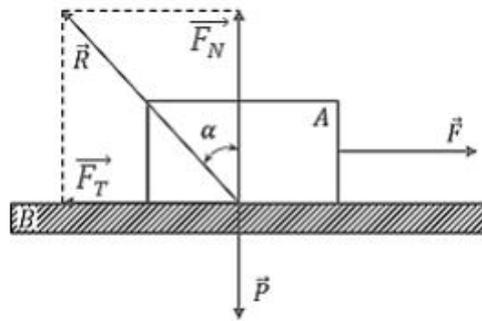


Figure II.4 : Micro-duromètre [25].

## II.2. Usure et frottement

L'usure est un phénomène résultant de l'endommagement des surfaces en contact, associé à un frottement souvent élevé. Le frottement est le phénomène qui s'oppose au mouvement d'une surface par rapport à une autre. Le frottement est caractérisé généralement par le coefficient de frottement ( $f$ ) qui représente la résistance au déplacement de la force tangentielle ( $F_T$ ) sur la portance globale ( $F_N$ ) (fig. II.5).

$$f = \frac{F_T}{F_N}$$



**Figure II.5 :** Représentation des efforts sur deux solides en mouvement relatif [26].

Le coefficient de frottement  $f$  n'est pas une propriété du matériau mais de l'ensemble du système tribologique [26].

Le frottement se présente sous un aspect mécanique : l'effort tangential en sens inverse du déplacement et énergétique : perte de puissance qui se traduit par une diminution du rendement.

## II.3. L'usure

L'usure correspond à l'endommagement des surfaces en contact qui se manifeste par une perte de masse et de forme. La quantification de l'usure se fait expérimentalement par la pesée des solides en contact à différents intervalles de temps. Une classification des types d'usure a été donnée par Stachowiak, où on distingue : l'usure due à l'action d'une particule sur la surface d'un solide (usure par abrasion, érosion ou cavitation), l'usure due au passage répété d'un solide sur une surface (usure par fatigue) et l'usure due aux forces d'attraction entre les atomes de deux surfaces (usure adhésive). Viennent ensuite des types d'usure plus spécifiques, comme l'usure corrosive et l'usure par petits débattements (fretting). En ce qui concerne la quantification de l'usure, d'énormes progrès ont été réalisés dans les dernières décennies. Meng et Ludema [27] citent plus d'une centaine de lois d'usure, dont une grande partie est basée sur la loi d'Archard, qui relie la vitesse d'usure, vitesse de glissement et caractéristiques mécaniques des corps en contact.

### II.3.1. Evolution de l'usure

L'usure est une conséquence du frottement qui conduit à une dégradation progressive dans le temps, interprétée par l'estimation de la perte de masse au cours du temps. L'évolution de cette dernière présente généralement trois phases distinctes (fig. II.6) [28].

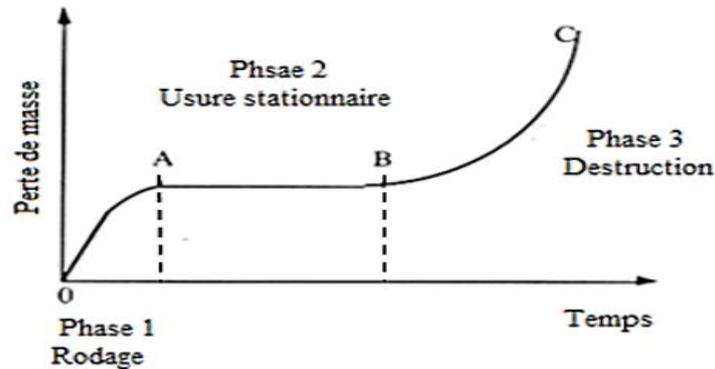


Figure II.6 : Evolution de l'usure [28].

### II.3.2. 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 [29].

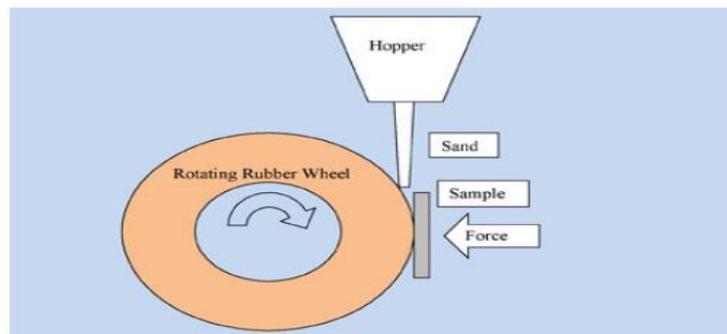


Figure II.7 : Dispositif utilisé afin de réaliser les tests d'usure abrasive [29].

### II.4. L'indentation instrumentée

L'indentation instrumentée connue également sous indentation détectant la profondeur (depth sensing indentation) est de plus en plus employée pour étudier le comportement mécanique de différents matériaux, des métaux et céramiques aux matériaux biologiques et polymères [11]. L'essai traditionnel d'indentation implique la formation de l'image optique de l'empreinte. Ceci impose clairement une limite inférieure à l'échelle des dimensions de l'empreinte en dessous de laquelle on ne peut pas voir cette image puisque si la charge et par conséquent la taille de l'empreinte sont petites, la microscopie optique devient limitée. Par ailleurs l'utilisation de la microscopie électronique ne peut régler le problème puisque la localisation de l'empreinte d'indentation devient difficile. D'un autre côté, le fait de mesurer l'empreinte résiduelle après déchargement dans un essai conventionnel, ne nous renseigne pas sur le comportement du matériau durant l'essai (elastoplasticité, viscoplasticité,...etc.). Contrairement aux essais conventionnels de dureté les appareils de l'indentation instrumentée permettent l'application de la charge d'une façon continue et permettent ainsi d'enregistrer la variation de la pénétration de l'indenteur avec la charge durant le cycle de chargement et déchargement [30].

### II.4.1. Méthode et analyse

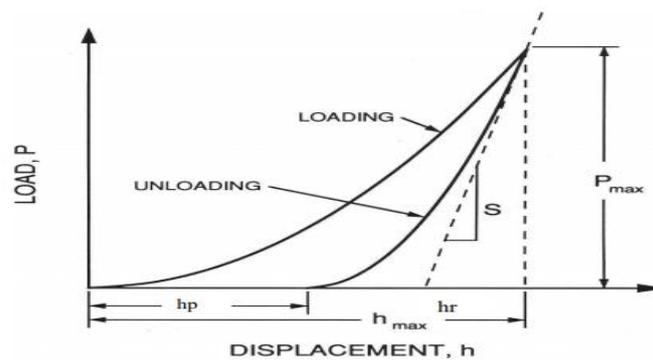


Figure II.8 : Courbe d'indentation typique [30].

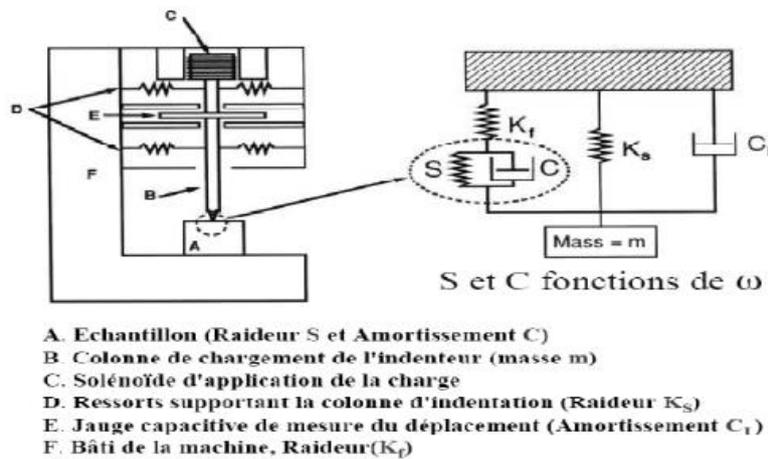
La technique d'indentation instrumentée est non seulement une méthode pour déterminer les valeurs de la dureté et du module élastique des matériaux, mais permet également d'étudier la variation de  $H$  et  $E$  en fonction de certains paramètres comme la charge, la température et le temps. La sensibilité de la technique, le système d'acquisition des données ainsi que le haut niveau des commandes ont conduit à de nombreuses avancées en science des matériaux, en particulier concernant les mécanismes fondamentaux du comportement mécanique à l'échelle micrométrique. L'indentation instrumentée a été utilisée pour étudier par exemple le comportement des dislocations des métaux [31], le comportement de rupture dans la céramique [32], le comportement mécanique des couches minces [33] et de l'os [34], les efforts résiduels [35], le comportement dépendant du temps pour les métaux mous et les polymères [36]. Par ailleurs, le mouvement latéral du capteur est utilisé pour exploiter le comportement tribologique des surfaces, y compris la résistance au rayage des revêtements [37] et la résistance à l'usure des métaux [38]. Il existe trois grands domaines d'utilisation de l'indentation instrumentée :

- 1- L'essai de dureté classique : Utilisé pour la détermination des caractéristiques mécaniques des matériaux massifs. Les forces varient entre quelques dizaines et centaines de newtons.
- 2- La micro indentation : Concerne des forces de l'ordre de quelques milli newtons à quelques newtons. Elle s'applique à la caractérisation de couches minces d'au moins une dizaine de microns d'épaisseur.
- 3- La nano indentation : Permet la mesure des propriétés de surfaces à des profondeurs inférieures au micromètre. On peut utiliser des charges inférieures au milli newton. Elle permet, en plus de la caractérisation de  $E$  et  $H$ , l'étude de phénomènes liés à la physique des matériaux (propriétés mécaniques de la microstructure, forces attractives de type van der Waals, ...). La nanoindentation instrumentée permet des mesures à des profondeurs de pénétrations excessivement petites. Une charge aussi petite qu'un nano Newton et des pénétrations d'environ 0.1 nm peuvent être exactement mesurées [39].

### II.4.2. Dispositifs d'indentation instrumentée

Beaucoup de systèmes d'indentation instrumentée peuvent être généralisés en termes d'illustration schématique montrée sur la figure II.9. Parmi les systèmes commercialisés, dans ceux développés par nano instrument (MTS système), HYSITRON(MN) [40], Ltd(UK) [41], CSIRO(Australie)[42] et CSM(Suisse) [43], la charge est souvent appliquée en utilisant la mise

en action électromagnétique ou électrostatique, avec un capteur capacitif utilisé pour mesurer la pénétration. Dans les instruments (MTS) (HYSITRON), (CSIRO) ainsi que dans (CSM), l'axe de l'indenteur est vertical comme illustré sur la figure I.26. Par contre l'axe est horizontal sur le (Ltd). En outre, sur les systèmes (MTS, CSIRO et CSM), l'application de la charge et la mesure de la pénétration se fait avec des moyens séparés alors que dans le système (HYSITRON) on utilise le même capteur pour l'application de la charge et la mesure de la pénétration de l'indenteur. Le dispositif récemment développé, appelé mesure continue de rigidité CSM (Continuos stinffes measurement) offre une amélioration significative de l'essai de nano indentation. Il est composé d'un système d'amplification et de transmission de signal et d'un capteur différentiel qui permettent de mesurer la rigidité du contact à un point quelconque le long de la courbe de chargement et pas seulement après déchargement comme dans les procédés statiques.



**Figure II.9 :** Illustration schématique du système d'indentation instrumentée [43].

Les appareils de contrôle instrumenté sont des instruments de précision élevée utilisés pour la détermination des propriétés mécaniques des couches minces, des enduits et des substrats. Des propriétés telles que la dureté et le module élastique peuvent être déterminés sur presque n'importe quel type de matériaux (doux, dur, fragile ductile), le principe de fonctionnement de l'instrument est comme suit : Le bout de l'indenteur est conduit dans la surface de l'échantillon en appliquant une charge progressive. Quand la charge atteint la valeur maximale après un certain temps de maintien à cette charge, la charge est réduite jusqu'au déchargement complet ou partiel. Grâce à un capteur différentiel, une courbe force-pénétration peut être tracée le long des deux cycles de chargement et de déchargement. Les mesures peuvent être faites à des profondeurs de pénétration excessivement petites. Ainsi cette technique est idéale pour la mesure des propriétés mécanique des couches minces. En outre, la bonne résolution en temps de maintien permet de mesurer les propriétés des matériaux viscoélastiques (polymères) [30], où la mesure continue des propriétés mécaniques est plus que nécessaire. Nous pouvons aussi l'utiliser sur les matériaux non homogènes et les multicouches où la microstructure [39] et les propriétés mécaniques changent avec la profondeur de pénétration de l'indenteur.

Cette technique offre la possibilité d'effectuer des mesures d'indentation qui permet de détecter le déplacement dû au fluage dans la gamme des nanomètres sur de petits volumes [39] [4]. Le chargement cyclique offert par cette technique est utilisé pour l'exécution des essais de fatigue sur les matériaux et les couches minces [39]. Elle permet également des essais de rayage sur les matériaux et plus particulièrement sur les revêtements. Les appareils de contrôle instrumenté (CSM emploient une technique de mise en référence extérieure dynamique. En mettant en référence la mesure de profondeur à partir de la surface de l'échantillon.

Ces appareils de contrôle présentent les avantages uniques suivants :

- Durée de cycle rapide de mesure.
- Dérive thermique négligeable.
- Protection du secteur de mesure contre des courants d'air et des perturbations acoustiques.
- Protection du bout de mesure contre les dommages mécaniques.

	Micro-indenteur CSM	Nano-indenteur Ltd
Charge maximale	10N (30optional)	500mN
Résolution de la charge	100 $\mu$ N	100 nN
Pénétration maximale	0-20,0-200 $\mu$ m 1mm optionnel	0-200 $\mu$ m
Résolution de déplacement	0.04 et 0.3nm	0.1nm
Plage de mesure XY	120mm x 20mm	120mm x 20mm
Résolution suivant XY	0.25 $\mu$ m	0.25 $\mu$ m
Grossissement microscopique	200x, 2000x	1000x
Axe de l'indenteur	Vertical	Horizontal

**Tableau II.1** : Caractéristiques des appareils d'indentation CSM &Ltd [39].

CHAPITRE III

*Matériaux et techniques expérimentales*



## Chapitre III

### Matériaux et technique expérimentales

Ce chapitre est consacré à la partie expérimentale de notre travail dont une partie a été réalisée au niveau de la Base Centrale Logistique de Beni-Mered BCL. En premier lieu nous exposons la méthode et les moyens utilisés dans la de réalisation de la cémentation solide au niveau de la BCL. En deuxième lieu, la technique et les moyens utilisés pour réaliser la nitruration solide qui a été faite au niveau du laboratoire SDM de notre département (Mécanique, université de Blida1) sont décrites. Ensuite, les différents instruments utilisés dans la préparation métallographique, la caractérisation métallurgique et la caractérisation mécanique sont exposés.

#### III.1. Matériau du substrat

Le matériau utilisé dans cette étude comme substrat est un acier faiblement allié au nickel-chrome. La nuance 20NC6 a une teneur en carbone ne dépassant pas 0,2%, une bonne résistance mécanique, une bonne résistance à la fatigue alternée. Ce matériau est bien adapté au durcissement de surface par traitement afin d'avoir une dureté de surface élevée. Il est généralement utilisé pour des pièces de petites et moyennes sections comme la fabrication de d'outillages d'estampage à froid, pistons, engrenages...etc. La composition chimique des aciers au NICKEL-CHROME est donnée dans le tableau ci-dessous [44].

C %	Si %	Mn %	P %	S %	Cr %	Ni %	Mo %
0.195	0.256	0.77	0.014	0.015	0.99	1.35	0.0073
Al %	Cu %	Co %	Ti %	Nb %	V %	W %	Pb %
0.043	0.054	0.027	<0.0005	<0.0040	0.0027	0.016	<0.0020
Mg %	B %	Sb %	Sn %	Zn %	As %	Bi %	Ta %
0.0018	0.0027	0.039	0.018	0.0032	0.037	<0.0015	<0.010
Ca %	Ce %	Zr %	La %	Se %	N %	Fe %	
0.0028	<0.0020	0.0028	<0.0005	<0.0020	0.042	96.1	

Tableau III.1 : Composition chimique de l'acier 20NC6.

#### III.1.1. Influence des éléments d'additions

Les aciers au nickel-chrome contiennent 0,35 % C, 1,7 % Cr, 3,75 % Ni. C'est une nuance particulière réservée pour les outillages d'estampage à froid comportant des gravures de grande finesse et d'un prix élevé.

- **Le nickel**

Grâce à son rôle gammagène, il stabilise l'austénite aussi bien à la température ambiante qu'aux températures très basses. Son principal intérêt est d'améliorer la trempabilité et la ténacité. Cependant, il augmente la teneur en austénite résiduelle après trempe ce qui entraîne des difficultés lors du revenu. Il favorise ainsi la mise en œuvre par déformation plastique.

- **Le Chrome**

Cet élément d'addition alphagène est particulièrement important. Il augmente la trempabilité de l'acier. Par la formation de carbures de types M7C3 (1400-1500 HV), il améliore la résistance à l'abrasion, diminue le grossissement du grain lors de l'austénisation, retarde l'adoucissement lors du revenu, contribue à la réduction de l'oxydation à haute température et augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) des aciers au carbone. Suite à son rôle alphagène pour des teneurs supérieures à 7 %, il renforce la résistance à la fissuration à chaud lors de solidifications rapides (telles que celles rencontrées dans des opérations de soudage) [45].

### III.2. Fabrication des échantillons

Des échantillons sous forme de disque de 10 mm x 40 mm de diamètre ont été usinés à partir d'une barre de 20NC6 de diamètre 40 mm en utilisant un tour parallèle. L'usinage des éprouvettes a été fait à l'aide d'un tour parallèle d'axe au niveau de l'atelier de la BCL.



**Figure III.1 :** Tour parallèle.

Nos échantillons ont été par suite rectifiés par une rectifieuse plane. La rectification est une étape de finition, l'objectif est d'obtenir une surface de pièce parfaitement plane et régulière. Dans le cas d'une rectification plane, la pièce effectue un mouvement de va-et-vient sur la meule horizontale. La rectification est souvent utilisée dans le but de préparer des surfaces

frottantes, par exemple la portée d'un arbre qui tournera dans un palier lisse ou dans un joint d'étanchéité. Elle peut également être utilisée pour donner un profil particulier à la pièce lorsque la meule été au préalable usinée au profil complémentaire [46].



**Figure III.2 :** Rectifieuse plane.

### III.3. les traitements thermochimiques réalisés sur notre acier

Plusieurs traitements thermochimiques ont été réalisés dans le cadre de notre projet, ces derniers sont regroupés dans le tableau ci-dessus :

échantillons	Traitement thermochimique
1	Brut
2	Cémentation
3	Nitruration
4	Cémentation plus nitruration
5	Cémentation plus projection thermique
6	Cémentation plus nitruration plus projection thermique

**Tableau III.2 :** Acier traité par différent traitement de surface.

#### III.3.1. Traitement thermochimique de cémentation solide

La cémentation solide est un traitement de diffusion et d'enrichissement en carbone réalisé dans la phase austénitique. Les aciers faisant l'objet de ce traitement sont généralement élaborés au four électrique ou par tout autre procédé approuvé ou demandé par l'utilisateur [47]. Elle consiste à chauffer les pièces dans une caisse bien fermée qui contient une poudre de cémentation. Les pièces à traiter sont entourées dans tous les côtés par la poudre et portées à une température (850°C -930°C) et temps de maintien (1-60h) qui dépendent de l'épaisseur souhaitée de la couche cémentée. Donc, l'épaisseur de la couche cémentée est fonction de la

température et de la durée de cémentation. Par exemple, une durée de 4 h de maintien permet d’avoir une profondeur de 0,4 mm approximativement.

Durée en heures		Epaisseurs de la couche de cémentation en mm				
		1h	2h	10h	30h	60h
T en °C	850 C°	0.4 mm	0.8 mm	1.2 mm	1.5 mm	2.5mm
	900 C°	0.6 mm	1.2 mm	1.5 mm	2.5 mm	4.5 mm

**Tableau III.3 :** Profondeur de la couche de cimentée en fonction de la température et le temps de maintien.

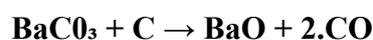
**III.3.1.1. Les étapes de réalisation du traitement**

Pour la cémentation solide on utilise généralement comme agent de concentration le charbon de bois activé de bouleau ou de chêne en grains, de semi-coke de houille et de coke de tourbe. Pour activer la cémentation, on ajoute de 10 à 40 % du poids du charbon, le carbonate de baryum BaCO<sub>3</sub> et le carbonate de sodium Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Le ciment solide largement utilisée se compose de charbon de bois, de 20 à 25 % de BaCO<sub>3</sub> et jusqu'à 3,5 % de CaCO<sub>3</sub> que l'on ajoute pour prévenir le filtrage. Notre traitement de cémentation est décrit ci-dessous :

Nos échantillons sont préalablement décapés ensuite placées dans des caisses en acier. Lors de la pose des pièces, on couvre le fond de la caisse d'une couche de ciment, damée de 20 à 30 mm d'épaisseur, sur laquelle est placée la première série de pièces en maintenant une distance de 10 à 15 mm entre les pièces et les parois latérales. Ensuite cette première couche de pièces est couverte d'une couche de ciment damée de 110 à 115 mm d'épaisseur, sur laquelle on pose la deuxième couche de pièces etc. La couche supérieure des pièces est couverte d'une couche de ciment de 35 à 40 mm d'épaisseur pour compenser son retrait éventuel. La caisse est couverte d'un couvercle dont les bords sont mastiqués avec de l'argile réfractaire pétris dans l'eau jusqu'à l'état pâteux. La caisse est placée ensuite dans un four où la température de cémentation varie de 910 à 930°C. Le maintien à la température de cémentation est de 7 à 9 min par centimètre de la dimension maximale de la caisse. Après cémentation, les caisses ne sont ouvertes qu'après leur refroidissement à l'air jusqu'à 400 ou 500°C. Comme la cémentation se fait par diffusion, le carbone à l'état atomique destiné à diffuser dans la surface est obtenu de la façon suivante : la caisse de cémentation contient de l'air dont l'oxygène réagit à une température élevée avec le carbone de ciment pour produire de l'oxyde de carbone, en présence du fer, l'oxyde de carbone se dissocie.



Le carbone ainsi obtenu est atomique au moment de sa formation. Il diffuse dans l'austénite, l'addition des carbonates rend le ciment beaucoup plus actif et enrichit l'atmosphère carburante en oxyde de carbone.



Le ciment employé est à l'état granulé, ce qui favorise le déplacement des gaz et permet d'obtenir une vitesse de déplacement plus élevée [11].

Dans notre travail on a préparé une caisse de dimensions 400x400x300 mm avec un couvercle de 400x400 mm en acier ordinaire disponible au niveau de l'atelier de cémentation. Les échantillons ont été déposés au milieu de la caisse entourée du ciment puis elle a été fermée. L'étanchéité est assurée par la laine de roche et l'argile humide déposée sur les couvercles et les parois extérieures. Le chauffage est réalisé à une température de 920°C dans un four à gaz, suivi d'un temps de maintien de 4 heures. Les échantillons ont subi ensuite un refroidissement à l'huile (Fig. III.3). Les échantillons sont retirés des creusets et ont subi des opérations de nettoyage. Les différentes étapes du traitement sont représentées dans les photos des figures III.4-6.

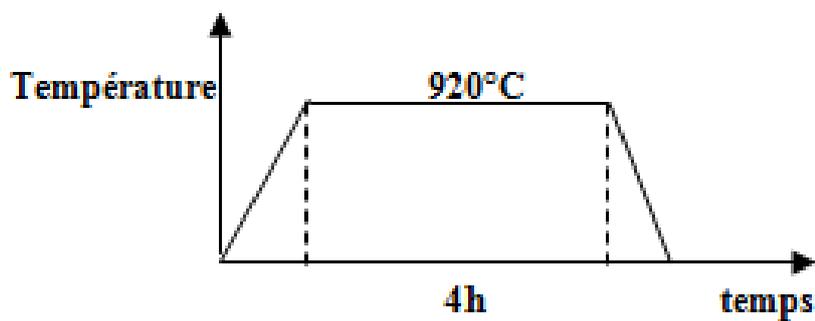


Figure III.3 : Courbe descriptive du traitement de cémentation.



Figure III.4 : Préparation de la caisse cémentation.



Figure III.5 : Four utilisé dans la cémentation.



Figure III.6 : La caisse à l'entrée de four.

### III.3.1.2. Traitements thermiques après cémentation

Pour donner aux pièces leurs propriétés finales, on les soumet après cémentation à des traitements thermiques dont le but est :

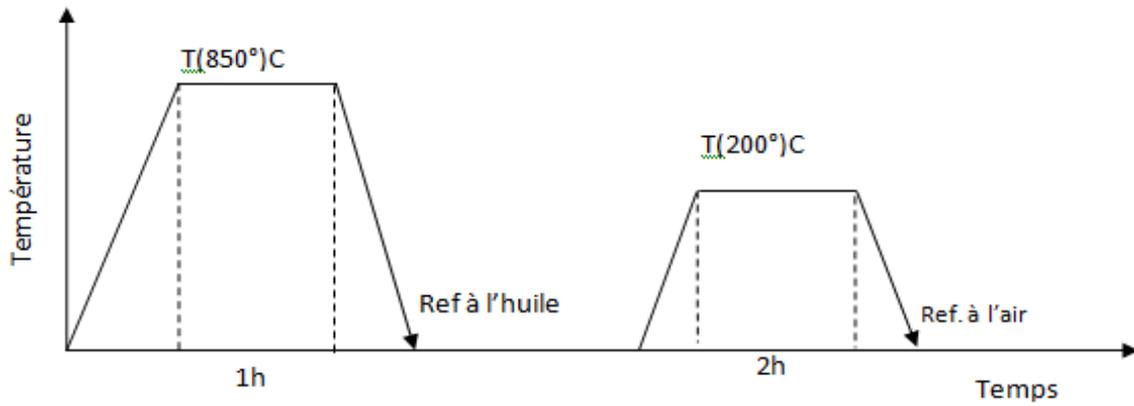
- De corriger la structure et d'affiner le grain au cœur et dans la couche cémentée.
- D'obtenir une dureté élevée de la couche cémentée et de bonnes propriétés mécaniques de cœur.
- D'éliminer le réseau de carbure dans la couche cémentée, qui peut apparaître par suite de la sursaturation en C [12].

Le traitement thermique conduit dans la couche cémentée à une structure composée de martensite d'une certaine quantité d'austénite résiduelle et des carbures. L'opération terminale des pièces ayant subi la cémentation est un revenu à basse température à 160 ou 180 °C, qui transforme la martensite de trempe de la couche superficielle en martensite de revenu assurant ainsi un adoucissement [48].

a) traitement de trempe : les échantillons ont été austénitisés dans un four à la température 850c° pendant un temps de maintien d'un heure 1h suivi d'un refroidissement à l'huile selon le cycle thermique présenté par la figure.

b) traitement de revenu : le choix de traitement de revenu a pour but de relaxer des contraintes de trempe et transformer la structure de trempe structure de revenu.

Après le traitement de trempe a 850c° tous les pièces subit un traitement de revenu à 200 c° pendant un temps de maintien de deux heures 02h, le refroidissement était à l'air (voir figure III.7). Toutes les pièces cémentées ont subi par la suite de traitement thermique une opération de polissage et nettoyage de la surface au moyen d'un papier abrasif. La technique et appareillages sont décrites dans les photos des figures III.9-13.



**Figure III.7 :** Cycle du traitement thermique après cémentation Trempe et Revenu.



**Figure III.8 :** La caisse à la sortie du four.



### III.3.2. Traitement de la nitruration solide

La poudre de nitruration a été fournie par l'académie polytechnique de Biélorussie, et bien que la composition de cette poudre n'ait pas été rendue publique, il est su que ça contient des composés riches en azote, carbone, et bore ainsi qu'un ou plusieurs activateurs.

Dans un boîtier métallique rempli de poudre, les échantillons ont été enterrés dans la substance granulée, le couvercle du boîtier n'est pas complètement étanche, ainsi la quantité d'air pénétrant dans l'ensemble boîtier-échantillons a été mis dans un four à moufle chauffé à une température de 550°C pendant 12 heures. Après traitement, le boîtier a été ressorti du four et refroidi à l'air libre jusqu'à la température ambiante. La figure III.14 représente les étapes de préparation des échantillons lors d'un traitement de nitruration. [49].



**Figure III.14 :** Préparation des échantillons lors d'un traitement de nitruration.

### III.3.3. la projection thermique

La projection thermique fait partie des techniques de traitement de surface par voie sèche. Cette technique regroupe un ensemble de procédés utilisés pour réaliser des revêtements épais (quelques dizaines de microns à quelques centaines généralement) de nature très variée sur des substrats tout aussi variés [50].

#### III.3.3.1 La poudre utilisée dans cette technique

Poudre d'un alliage Ni-Cr-Fe nommé sous BoroTec 10009 selon la désignation du producteur Castollin Eutectic.



**Figure III.15 :** Poudre Borotec 10009.

L'adhésion des revêtements réalisés par projection thermique est basée principalement sur l'accrochage mécanique, donc pour une meilleure adhérence du dépôt au substrat (plaquette) nous avons utilisé le grenailage pour créer la rugosité nécessaire pour favoriser l'ancrage mécanique. Cette opération est faite aussi pour éliminer toute trace de graisse de rouille et d'oxydes qui se trouvent éventuellement sur la surface des plaquettes. L'augmentation de la rugosité de surface est obtenue par un lancement à grande vitesse des grains de tailles micrométriques de sables d'alumine ( $Al_2O_3$ ) contre l'échantillon à l'aide d'air comprimé sous une grande pression.



**Figure III.16 :** La machine de sablage.

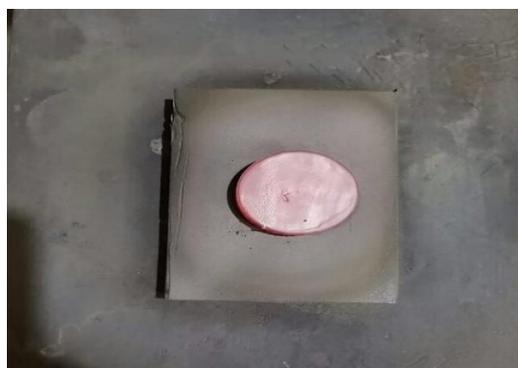
Après la préparation des surfaces tel que décrit précédemment, l'élaboration de nos revêtements a été faite par projection thermique à la flamme oxyacétylénique. Une torche à flamme de type fusion-refusions de Castollin Eutectic désigné par Eutalloy Super Jet a été utilisé pour l'exécution des revêtements sur les substrats en acier. Les paramètres de projection utilisés lors de la projection sont présentés dans le tableau ci-dessous :

paramètre	valeur
Débit d'oxygène	90 à 1200 NI / h
Débit d'acétylène	80 à 1100 NI / h
Pression d'oxygène	1.5 à 2.5 bars
Pression d'acétylène	0,5 à 0,6 bar
Distance de projection	30 – 40 mm
Angle de projection	90°
Distance de la refusion	15 – 20 mm
Angle de refusion	45°

**Tableau III.4 :** Les paramètres de la projection fusion – refusions.



**Figure III.17 :** La torche au-cour de l’opération de projection thermique.



**Figure III.18 :** La pièce lors de la projection thermique.

**III.3.3.2. La technique de projection est décrite comme suit**

Le matériau à projeté était à l'origine, sous la forme de poudre. Quand les matériaux de revêtement sont alimentés par l'unité de projection. Ils sont chauffés de dessus de leur température de fusion ou à l'état plastique et propulsés par un flux de gaz comprimé sur le substrat.

- Afin d'assurer une bonne adhérence du dépôt au substrat un préchauffage de la surface du substrat a été effectué jusqu'au bleu par un passage de la torche sans apport de poudre.
- projection thermique de la poudre par un balayage de toute la surface du substrat par la torche à la flamme.

**III.4. Préparation métallographique**

La préparation métallographique sert à préparer les échantillons afin de révéler la microstructure au microscope optique et de réaliser les tests de microdureté.

**III.4.1 Usinage**

Afin d'avoir une surface contenant le substrat et les couches traités, les échantillons ont été usinés avec une fraiseuse horizontale. Ainsi, des méplats ont été usiné dans les deux côtés des échantillons, cela permet d'éviter le découpage et facilite la préparation des échantillons.



**Figure III.19** : Fraiseuse mécanique marche horizontalement.

**III.4.2. le polissage**

Le polissage mécanique est un procédé de finition permettant de retirer, par abrasion, les défauts, rayures ou aspérités de la pièce et d'avoir une surface plane avec un état miroir.



**Figure III.20 :** Polisseuse.

Cette opération s'effectue manuellement avec des disques tournants en carbures de silicium (papiers abrasifs de 60, 80, 220, 400, 600, 800, 1200, 2000 et 3000), à l'eau courant comme un lubrifiant. La figure III.16 montre la polisseuse utilisée au niveau de laboratoire de SDM.



**Figure III.21 :** L'opération du polissage.

#### III.4.2.1. Attaque chimique

Afin de révéler les différents constituants de la microstructure nous avons utilisé Nital comme réactif. La surface des pièces est mouillée de la solution pendant quelques secondes (30-35s) et nettoyée rapidement avec de l'eau de robinet, l'opération est suivie toute suite d'un séchage avec le séchoir.



**Figure III.22 :** L'attaque chimique.

**III.4.3. le microscope**

Dans notre travail on a utilisé un microscope optique o niveau de laboratoire de SDM Ce microscope est muni d'une caméra numérique permettant le transfert des images vers un PC. La figure III.23 montre une photo du microscope optique utilisé.

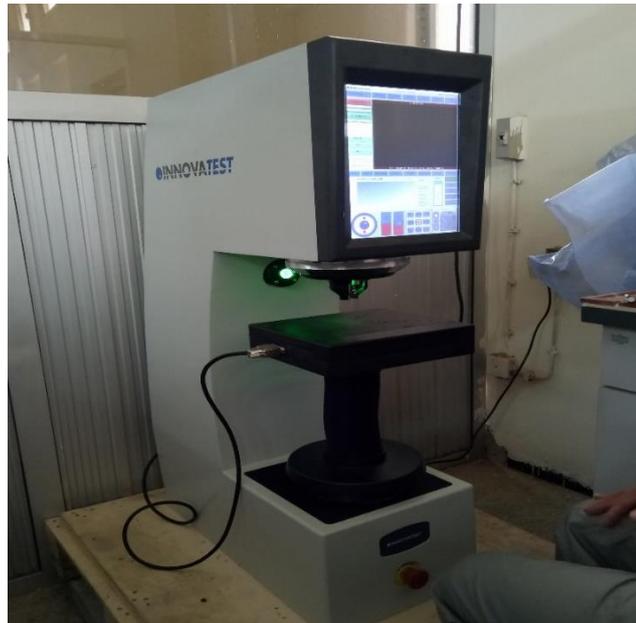


**Figure III.23 :** Microscope optique utilisé.

**III.5. Essai de dureté**

La dureté est un paramètre permettant de caractériser les matériaux. Il existe plusieurs manières de déterminer la dureté d'un matériau dont certaines font l'objet d'une norme précise. Dans notre cas l'essai de la dureté a été effectué avec un d'uromètre [51].

Les mesures des duretés des échantillons traités ont été réalisées à l'aide de la méthode Rockwell (HRC) et la méthode de Vickers (HV) utilisant un Macroduromètre universel de type INNOVATEST. L'essai consiste à imprimer, dans la couche superficielle des échantillons, un pénétrateur de type normalisé.



**Figure III.24 :** Macroduromètre.

### III.6. Essai de Microdureté

Afin d'étudier l'évolution de la microdureté du substrat à la surface passant par la couche traitée, des profils de microdureté Vickers ont été réalisés sur nos échantillons avec une charge de 100g (Hv0.1). Ainsi, les différentes zones sont ciblées par l'indentation : substrat, interface, couche traitée. Les mesures sont réalisées à l'aide d'un microduromètre INNOVATEST FLACON 400.



**Figure III.25 :** Microduromètre utilisé dans notre travaille.

**III.7 Test de Microindentation instrumentée.**

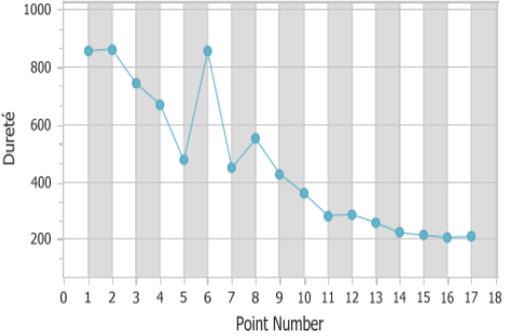
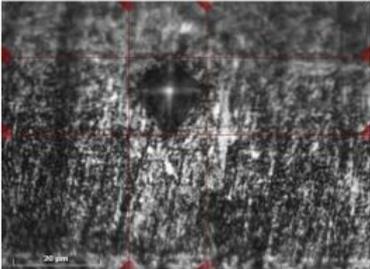
La Microindentation instrumentée a été réalisée en utilisant un microindenteur Vickers ZWICK de type ZHU 2.5 KN (Fig. III.26), au niveau du laboratoire de matériaux non ferreux, université de Sétif. L'instrument est doté d'une tête d'indentation Vickers de forme pyramidale à base carrée. Les tests d'indentation instrumentée ont été exécutés sous une charge maximale de 20 N.



**Figure III.26 :** La machine utilisée à l'indentation instrumentée.

CHAPITRE IV

Résultats et interprétation



## Chapitre IV

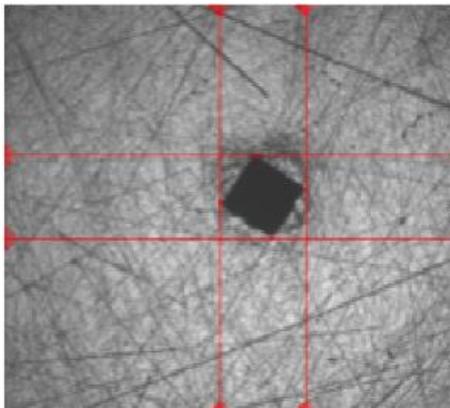
### Résultats et interprétations

#### IV. Introduction

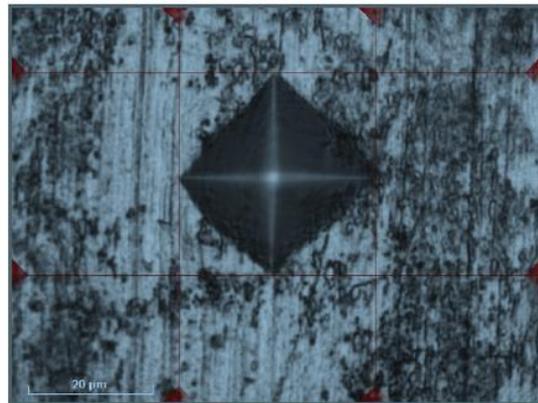
Dans ce chapitre, nous présentons les résultats des expériences menées au cours de cette étude et leurs interprétations.

#### IV.1. Substrat

A l'état brut, l'acier 20NC6 présente une microstructure composée de ferrite plus perlite normalisée, comme montré sur la photo, la ferrite est en blanc constituant la matrice et la perlite est en noir en forme polygonale répartie d'une façon homogène. Des mesures de microdureté sous une charge de 100 g ont exhibé des valeurs entre 181 et 196 et une microdureté moyenne de 186.51 Hv0.1.

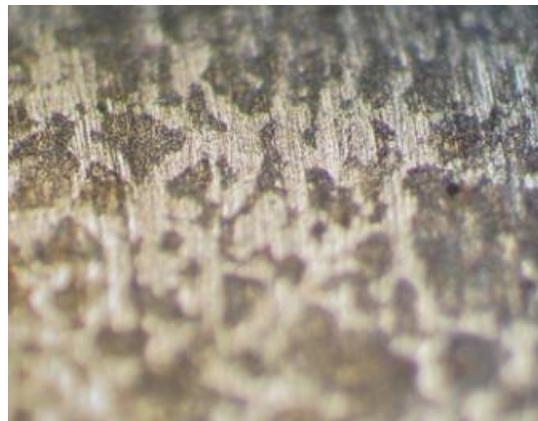


Macro dureté Hv 20 Kg



Microdureté Hv 100g

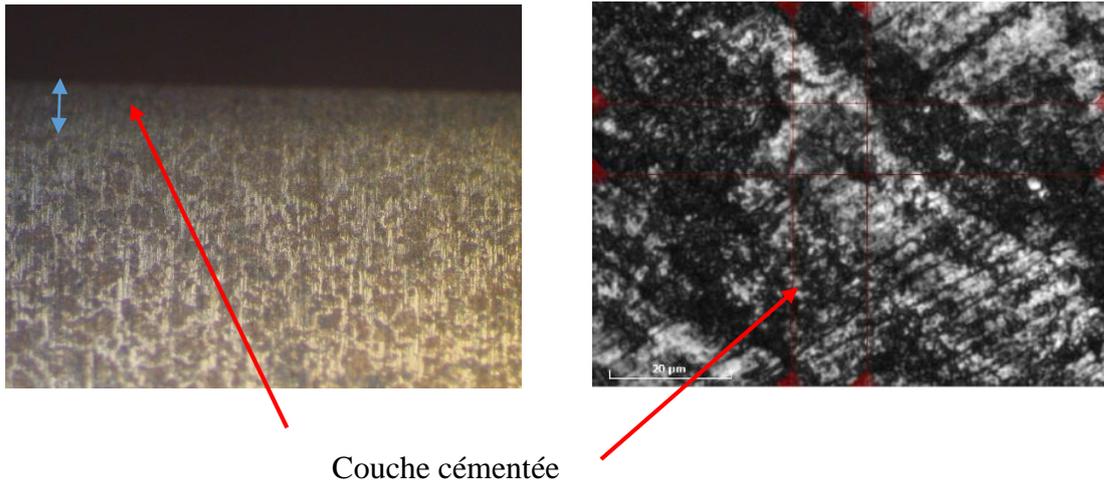
**Figure. IV.1 :** Microstructure et dureté et microdureté du substrat.



Mesuré sous forte charge de 20 Kg, les résultats de la macro-dureté sont dans l'intervalle 172.1-176.8 et une moyenne de 174,2. On constate que les valeurs sont proches, les valeurs de la microdureté sont un peu élevées dus à l'effet d'échelle.

#### IV.2. Microstructure des échantillons traités

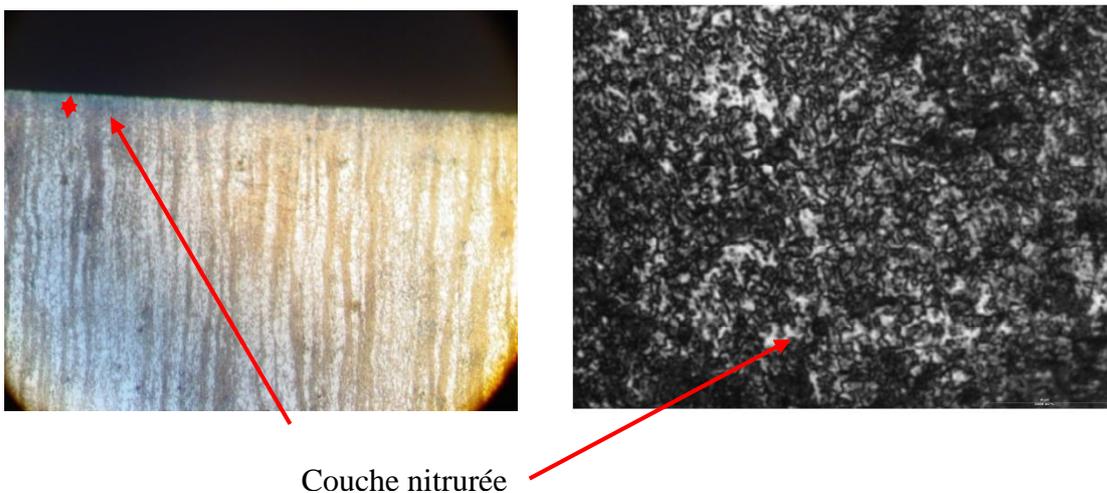
Les microstructures des échantillons traités sont représentées dans cette section. En note que l'épaisseur des couches ne peut être déduite par microscopie optique du à l'absence de l'échelle dans le microscope. Elles seront déduites par suite en basant sur les profils de microdureté.



Couche cimentée

**Figure IV.2 :** Microstructure d'échantillon cimenté.

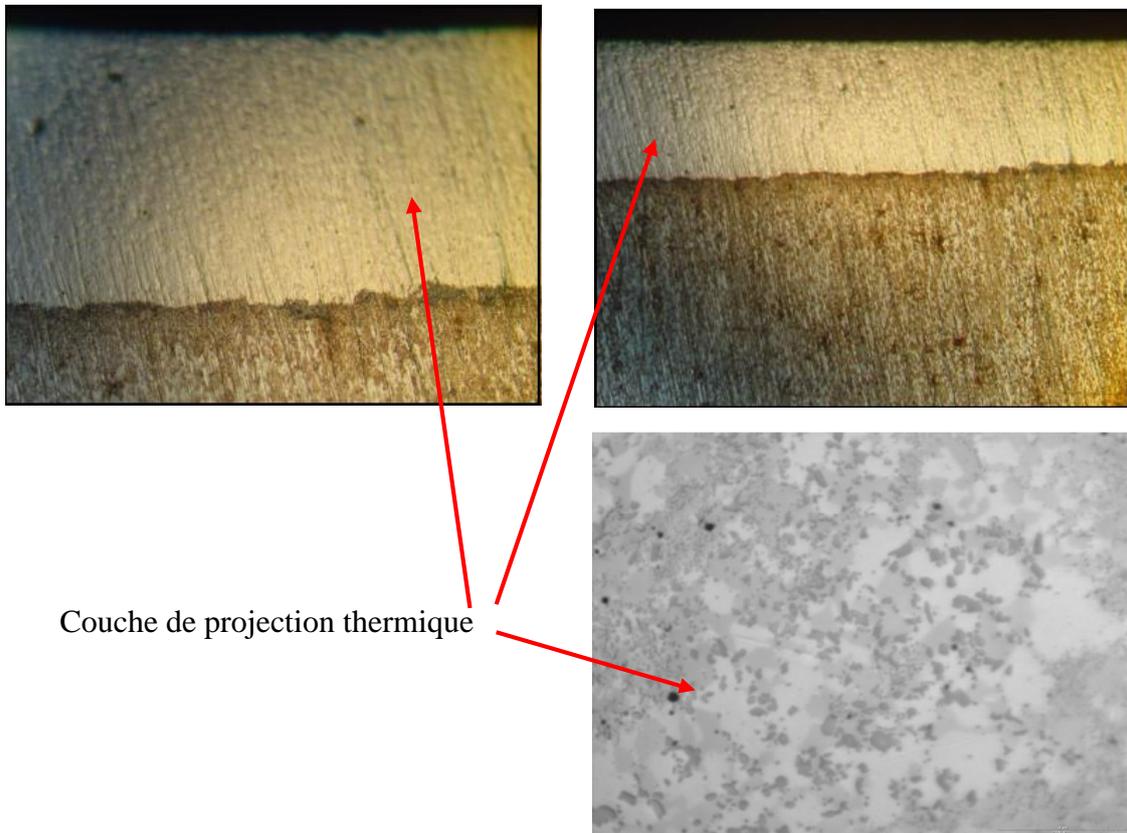
Comme il bien illustrée par la photo de gauche, l'attaque fait apparaître la zone qui s'est enrichie en carbone au cours de traitement de cémentation. Avec agrandissement (droite) la microstructure fait apparaître deux phase blanche et noir, la blanche est la ferrite alors la noir est normalement de la martensite puisque la dureté de la zone est très élevée.



Couche nitrurée

**Figure IV.3 :** Microstructure d'échantillon nitruré.

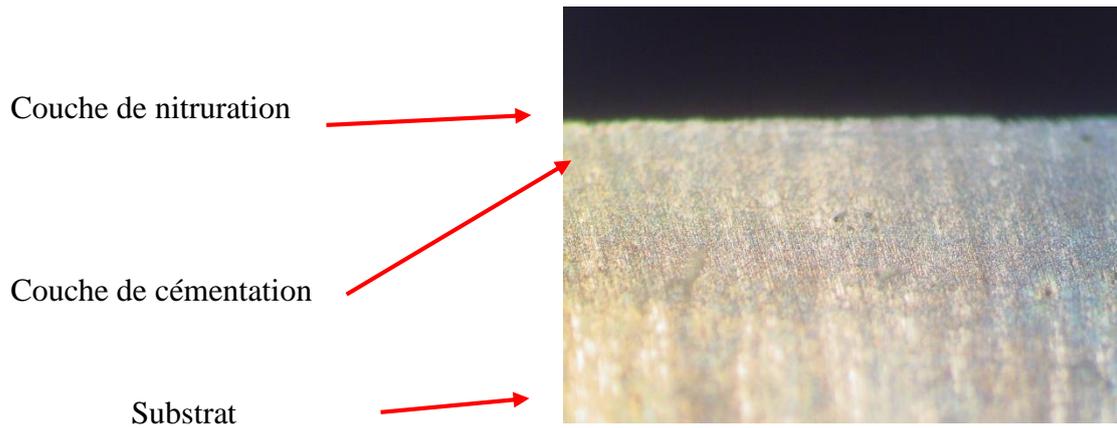
La microstructure présente une structure en bande au niveau du substrat, ce qui indique que la structure du substrat s'est transformée au cours de traitement de nituration. La couche nitrurée est mal visible du à la faible épaisseur de la couche. Sur la photo de droite, la couche nitrurée comporte une microstructure fine en forme d'aiguilles combinée de deux phases blanche et noire. Le durcissement de la surface est dû à la formation des nitrures.



**Figure IV.4 :** Microstructure d'échantillon projeté thermiquement.

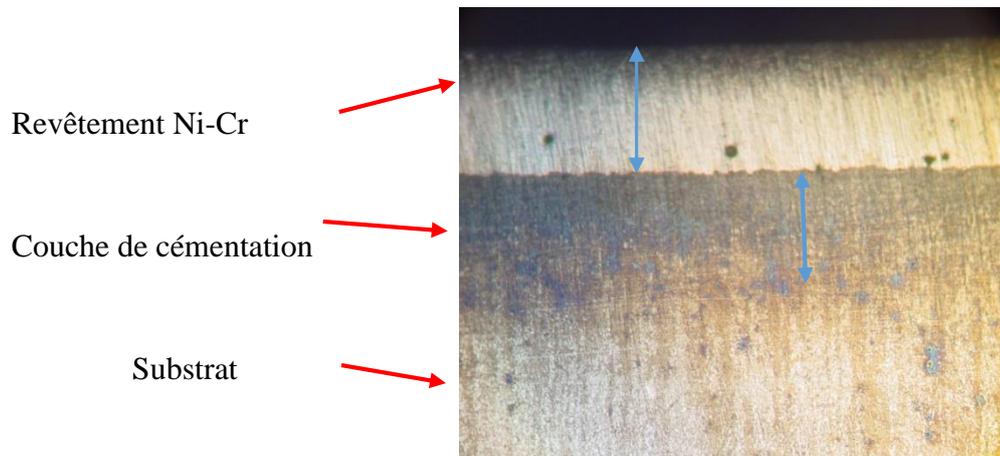
Sur les photos (Fig. IV.4) la couche de projection est très visible, elle est plus épaisse en comparant avec celle de cémentation ou de nituration. Elle comporte quelques défauts (point noirs : porosité, oxydes et particules non fondues). La zone de liaison revêtement-substrat est bien claire et compote quelques oxydes (en gris). Selon des recherches [52] la microstructure est composée d'une matrice de  $\gamma\text{Ni}$ , de carbures et de borures.

D'après la Figure IV.5 en peut distinguer difficilement la limite entre la couche de nituration qui est de très faible épaisseur et celle de cémentation qui est à peine visible. La microstructure en bande au niveau du substrat est aussi présentée, ainsi la morphologie de la couche cémentée est changée, ce qui indique qu'elle est aussi transformée après traitement de nituration de 12 h, cela est bien illustrée par les faibles valeurs de dureté enregistrées au niveau de cette couche.



**Figure IV.5 :** Microstructure d'échantillon cimenté et nitruré.

La figure IV.6 présente la macrostructure de l'échantillon cimenté avec projection thermique. Les différentes zones sont bien distinguées et la morphologie de la couche cimentée est aussi faiblement affectée changée suite à l'apport de chaleur au cours de la projection et refusion du revêtement.

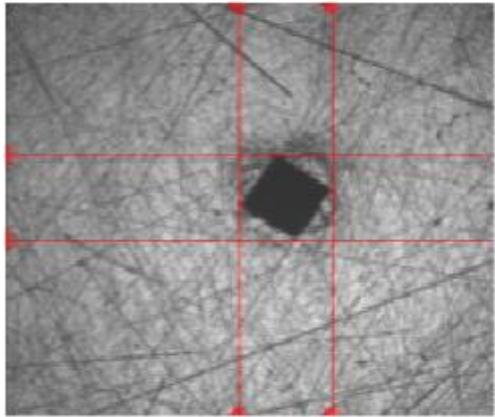
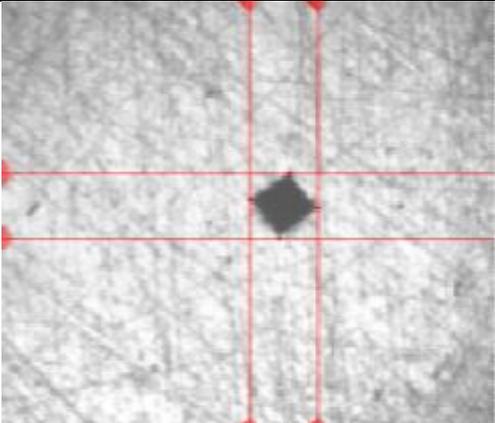


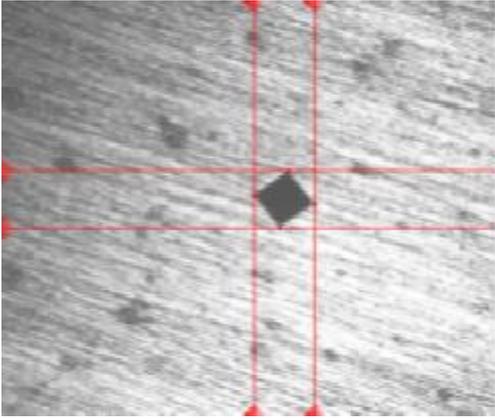
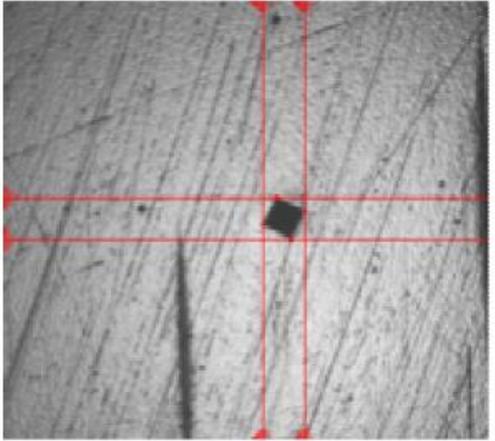
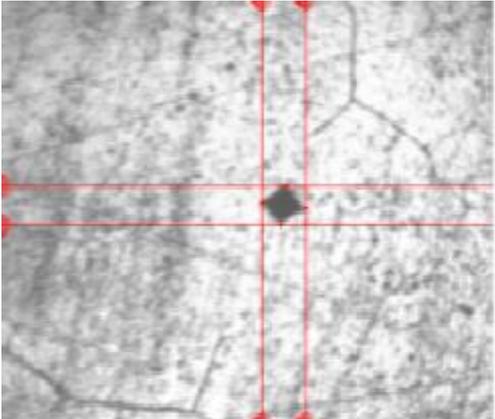
**Figure IV.6 :** Microstructure d'échantillon cimenté avec projection thermique.

### IV.3. Dureté

Les mesures des duretés des échantillons traités ont été réalisées à l'aide de la méthode Vickers (HV) utilisant un duromètre universel de type INNOVATEST. L'essai consiste à imprimer, dans la couche superficielle des échantillons, un pénétrateur de type normalisé. La dureté a été mesurée en considérant la surface extérieure des échantillons. Après des mesures de la dureté de tous les échantillons, la dureté moyenne a été calculée à partir de 03 mesures. Les résultats sont donnés dans le tableau ci-dessus.

**Tableau IV.1** : Représentation comparative des différents traitements en termes de la dureté (macro) Hv20 kg prise en surface.

Traitements	Dureté moyenne Hv <sub>20</sub> kg	L'empreinte de l'indentation
Brute	174,2	
Cémentation	782,16	
Nitruration	290,97	

Cémentation + Nitruration	323,17	
Projection thermique	760.9	
Cémentation + Projection	787,48	

Selon le tableau IV.1, il est clair que l'empreinte diminue avec l'augmentation de la dureté. D'après la figure IV.7 la dureté en cas des traitements de cémentation, projection thermique et cémentation plus projection thermique est élevée presque 4-5 fois par rapport au substrat. C'est un résultat très intéressant pour l'amélioration des propriétés de surface. Aussi, les valeurs sont très proches pour les trois traitements. On conclut aussi que faire une projection sur un acier cémenté n'est pas utile puisque avec la projection sur le substrat brut nous avons obtenus presque la même dureté. Cela peut être utile seulement si l'épaisseur du revêtement est faible

(quelques dizaines de  $\mu\text{m}$ ). Ainsi, pour l'application d'usure avec corrosion il est préférable de faire la projection thermique (revêtement anticorrosion Ni-Cr) tout en sachant que l'adhésion dans ces revêtements refusionnés est métallurgique (très forte), s'il n'est y a pas un risque de corrosion on peut utiliser la cémentation. On constate aussi que la dureté en cas de nitruration et cémentation plus nitruration est plus faible, cela parce que l'épaisseur de la couche nitrurée est très faible, donc l'effet du substrat est important. Pour mettre en valeur l'effet de la nitruration en doit effectuer des tests de microdureté sous très faibles charges.

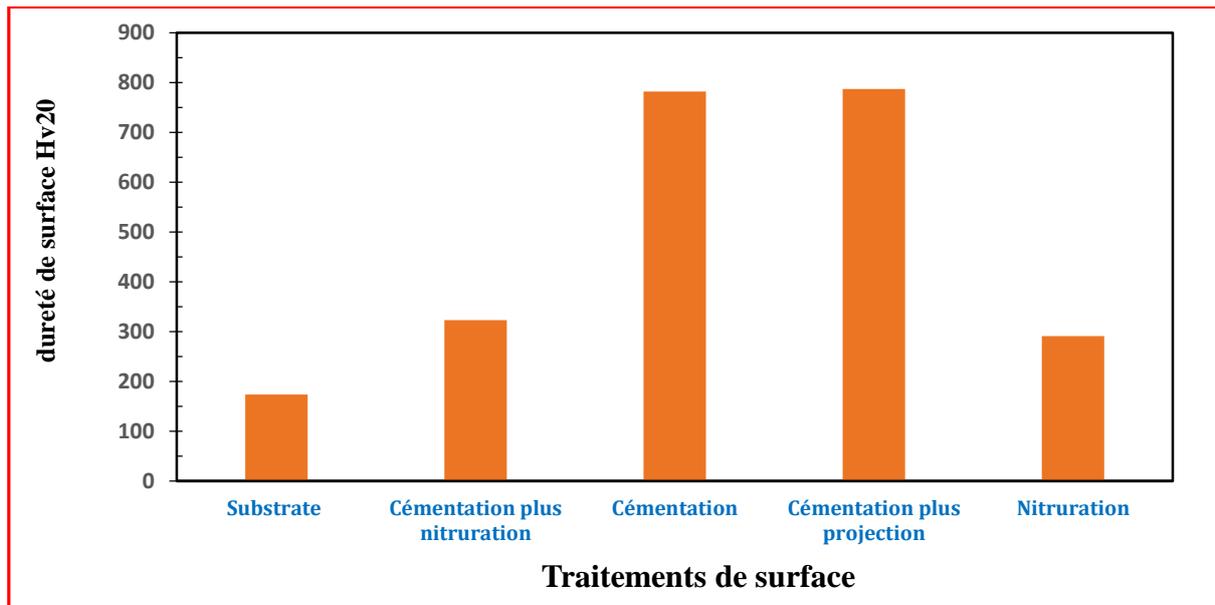


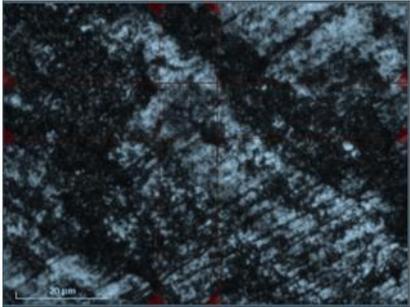
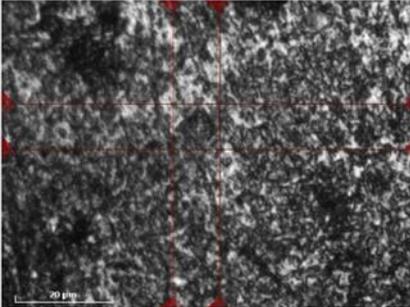
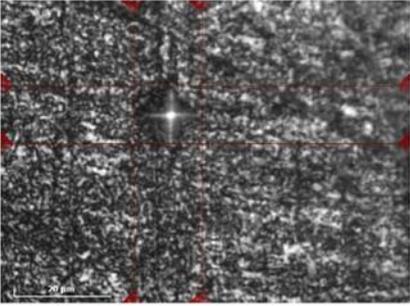
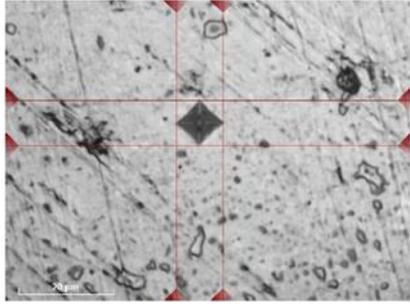
Figure IV.7 : Histogramme comparative de dureté.

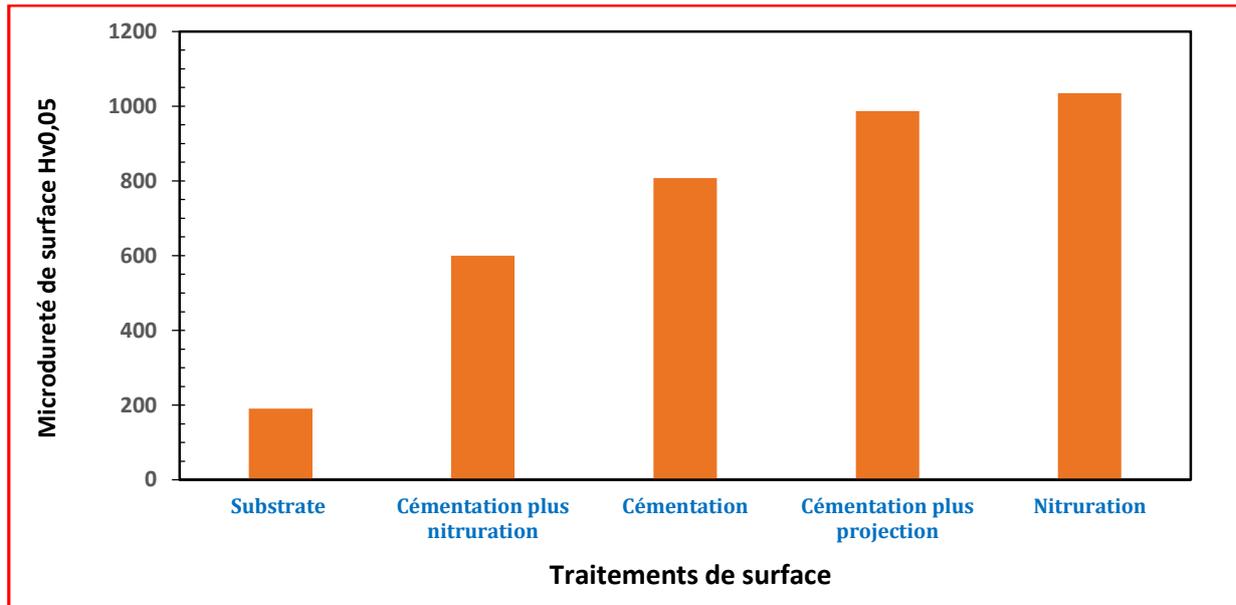
IV.4. Microdureté

L'essai de la microdureté a été réalisé sur les échantillons en coupe transversale et préalablement polis dans le but de déterminer la filiation des valeurs de la microdureté des couches cémentées, nitrurés et projetées thermiquement. Les tests sont procédé de la surface vers le substrat en s'éloignant 50  $\mu\text{m}$  de la surface afin d'éviter l'effet du bord. Aussi des tests de microdureté sont aussi faite en surface. La charge appliquée est de 50g pendant 15 s.

Tableau IV.2 : Représentation comparative des différents traitements en termes de la dureté (micro) Hv0.05 kg prise en surface.

Traitements	Microdureté moyenne HV 0.05	Empreinte d'indentation
Brute		

Cémentation	807,86	
Nituration	1034,81	
Cémentation + nituration	600.23	
Cémentation + projection thermique	987.13	



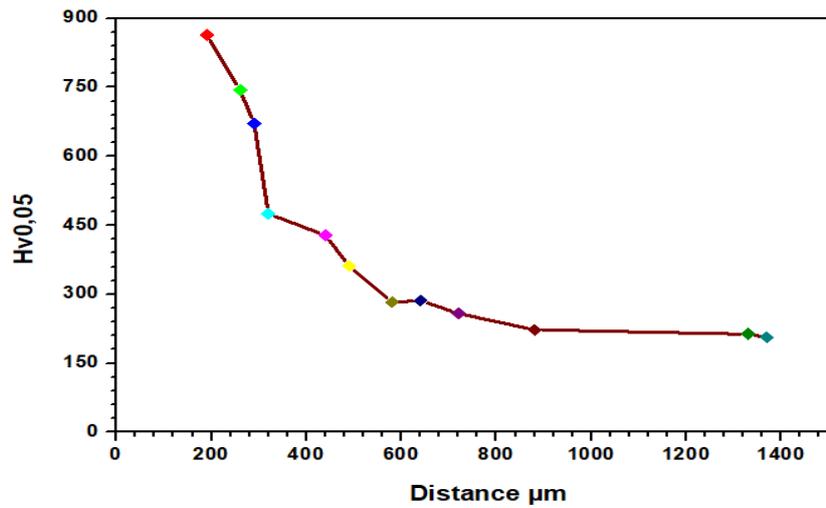
**Figure IV.8 :** Histogramme de microdureté.

D'après le tableau IV.2 et la figure IV.8 les valeurs de la microdureté sont plus élevée que celles de la macro-dureté. Sous faible charge la dureté de la couche nitrurée est bien mise en évidence avec une microdureté de 1034Hv supérieure à celle de la couche cémentée et projeté thermiquement. Pour la faible dureté enregistrée en cas de traitement combinée cémentation plus nitruration, on pense que la couche cémentée riche en carbone a empêché l'azote de diffuser en surface plus la décarburation provoqué au cours de traitement nitruration ce qui a fait abaisser la dureté. Donc on pense qu'il est inutile de faire un traitement de nitruration sur à acier cémenté.

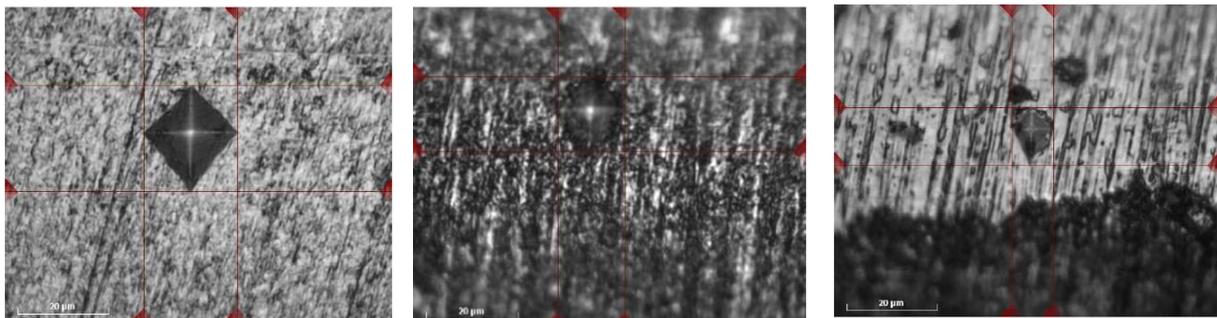
L'amélioration de la dureté du substrat (4-5 fois) après traitements résulte principalement de la microstructure obtenue. La formation de martensite dans la cémentation, des nitrures dans l'acier nitruré et des carbures et de nitrures de chromes dans le revêtement ont fait augmenter d'une façon significative la dureté. Ceci est très important pour la résistance à l'usure et à la fatigue. Cependant la faible épaisseur de la couche nitrurée qui peut être fautive de paramètre ou de procédure de traitement ne permet pas l'utilisée sauf en cas de glissement sous très faible charge.

Il est également observable d'après les figures IV.9-12 de manière générale, que la microdureté Hv diminue progressivement de la surface vers le cœur pour se stabiliser par la suite, indiquant ainsi la fin de la couche de formée par le traitement. La diminution de la dureté en cas de Nitruration est due au changement dans la concentration en azote de la surface vers le cœur, suite à diffusion qui devient de plus en plus difficile vers le cœur de la pièce. L'épaisseur du revêtement plus la couche de cémentation est autour de 700 $\mu$ m (Fig. IV.9). Par contre l'épaisseur de la couche nitrurée est entre 200-250  $\mu$ m. en basant sur la règle d'une dureté de 550Hv elle est beaucoup moins.

En tous les cas, cémentation, revêtement et nitruration la diminution de la dureté avec la profondeur est très utile. Cette dégradation progressive permet d'avoir une dureté élevée en surface jointe à une bonne ténacité et une bonne ductilité au cœur.



**Figure IV.9 :** Variation de la microdureté de la surface vers le cœur en cas de cémentation plus projection thermique.



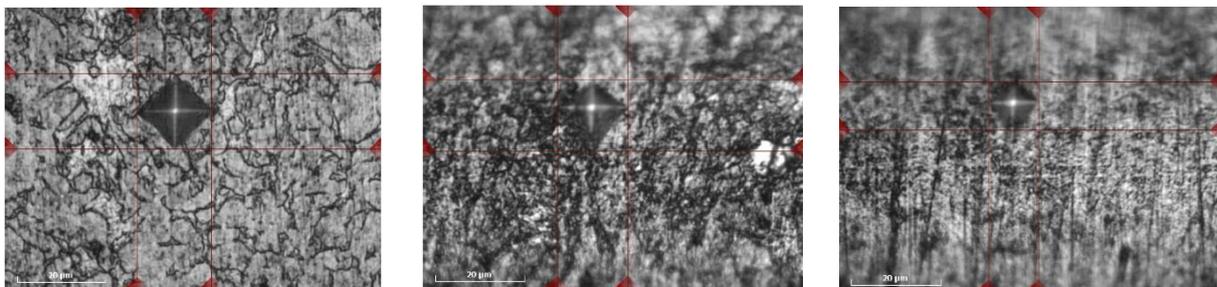
a) substrat

b) couche cémentée

c) couche de projection thermique

**Figure IV.10 :** Empreinte d’essai de microdureté Hv0.05.

Il est clair d’après la figure IV.10 que l’empreinte de microdureté Hv est plus grande au substrat et très petite à la couche de projection thermique. On constate que plus la dureté est grande plus l’empreinte est petite.



a) Substrat

b) Zone de transition

c) Couche nitruré

**Figure IV.11 :** Empreinte de nitruration à la microdureté Hv0.05.

De la même façon on remarque d’après la figure IV.11, que l’empreinte de microdureté est grande au substrat et devient petite dans la zone de transition et encore plus très petite dans la couche nitrurée. Cela traduit bien la dégradation du % de l’azote bien entendue la quantité des nitrures et par suite la dureté de la surface vers le substrat.

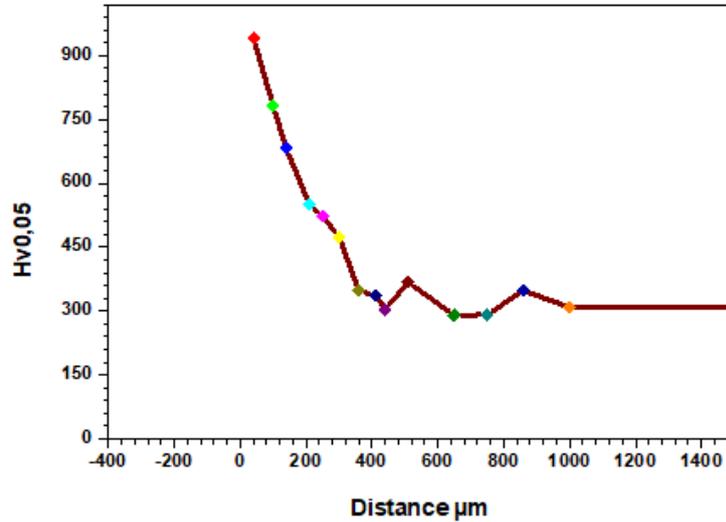


Figure IV.12 : Variation de la microdureté de la surface vers le cœur en cas de nitruration.

A part la diminution de la microdureté, on peut constater d’après la figure IV.12 que la dureté du substrat est plus importante que celle du brut, indiquant ainsi la transformation de la microstructure citée dans section VI.1.

**IV.5 : Indentation instrumentée**

Les courbes charge Vs déplacement du l’acier brut et après cémentation obtenus par Microindentation instrumentée sont représentées ci-dessous. On constate que le test est reproductible, tel que les 05 tests réalisés sous la même charge max (20 N) comportent presque la même allure.

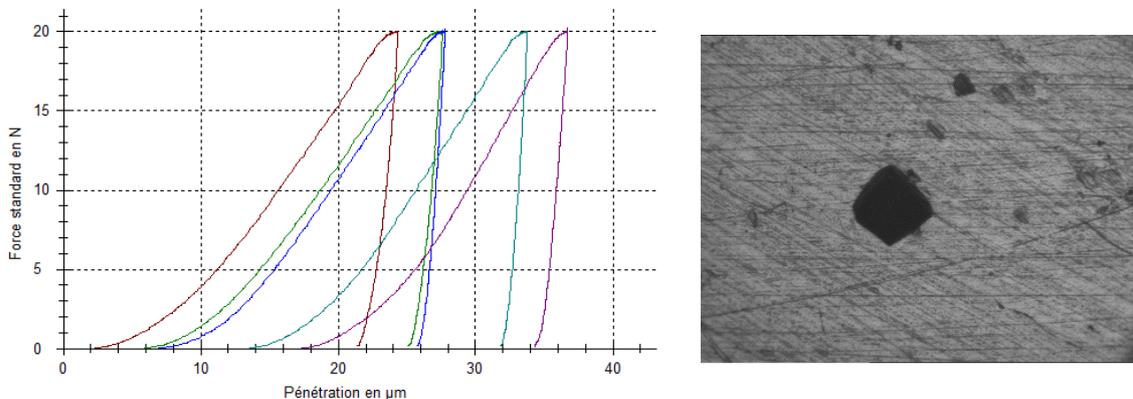


Figure IV.13 : Courbes force Vs profondeur d’indentation instrumentée du substrat.

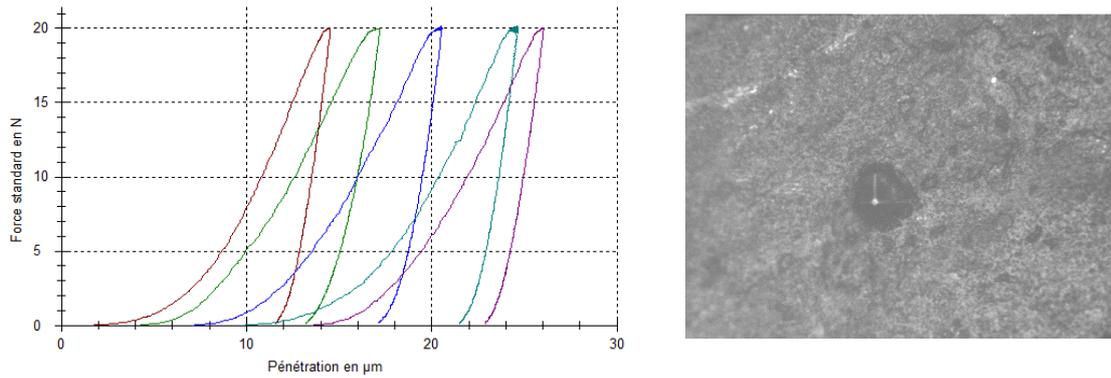


Figure IV.14. Courbes force Vs profondeur d’indentation instrumentée après cémentation

Dans la courbe ci-dessous on remarque que la profondeur d’indentation dans le cas de la pièce cémentée est inférieure que celle de la pièce brute exprimant ainsi la meilleur dureté.

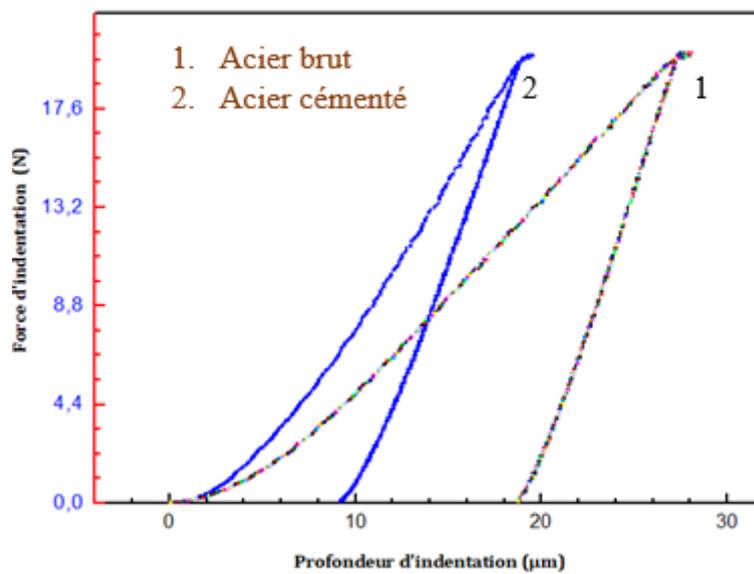


Figure VI.15 : Représentation comparative des courbes d’indentation Acier brut Vs acier cémentée.

## ***Conclusion générale***

L'acier faiblement allié (20NC6), est un matériau largement utilisé dans diverses applications industrielles notamment dans la fabrication des pièces des éléments de machine qui subissent par suite un traitement de durcissement, dans carrosserie des automobiles et l'aérospatiale, les plaques d'ingénierie, d'outillages d'estampage à froid, pistons, engrenages...etc. Avec une teneur en carbone inférieur à 0,2% faiblement allié au chrome-Nikel, il présente une bonne résistance mécanique, une bonne ténacité et bonne résistance à la fatigue mais avec une faible dureté qui constitue une limite. Cependant, la composition de cet acier le rend bien adapté au durcissement de surface par traitement afin d'avoir une dureté de surface élevée afin de surmonter cette limite.

Dans ce cadre, l'objectif de notre travail été d'améliorer les propriétés de cet acier (20NC6) notamment sa dureté par applications de différents traitements de surface. A cette effet, des traitements thermo-chimiques de cémentation, nitruration, cémentation combinée à la nitruration ainsi que revêtement par projection thermique ont été réalisés sur cet acier dans le but d'obtenir une dureté élevée en surface jointe à une bonne ténacité et une grande ductilité en volume.

Par la suite, une étude comparative de ces différents traitements a été faite après caractérisation mécanique et microstructural. Les principaux résultats obtenus de cette étude sont résumé ci-dessous :

- L'acier 20NC6 présente une microstructure normalisée composé de ferrite plus perlite, avec une dureté moyenne de 174,2 Hv<sub>20</sub> et microdureté moyenne de 186.51 Hv<sub>0.1</sub>.
- Les traitements de cémentation, projection thermique et cémentation plus projection thermique ont été réalisés avec succès permettant ainsi de multiplier la dureté de surface du substrat par un facteur de 4-5 fois.
- Faire une projection sur un acier cémenté n'est pas utile puisque avec la projection sur le substrat brut nous avons obtenus presque la même dureté. Cela peut être utile seulement si l'épaisseur du revêtement est faible.
- La dureté en cas de nitruration et cémentation plus nitruration est plus faible, cela parce que l'épaisseur de la couche nitrurée est très faible, donc l'effet du substrat est important.
- Sous faible charge la dureté de la couche nitrurée est bien mise en évidence avec une microdureté de 1034 Hv.
- Du à la faible dureté et microdureté obtenue, il est inutile de faire un traitement de nitruration sur l'acier cémenté.
- Enfin, une diminution progressive de la microdureté avec la profondeur est remarquée cas de tous les traitements. Cette dégradation progressive permet d'avoir une dureté élevée en surface jointe à une bonne ténacité et une bonne ductilité en volume.

## *Références*

- [1] Brevet de technicien supérieur, Traitements Des Matériaux ,2001.
- [2] E.J Mittemeijer, J.T Slycke, Chemical potentials and activities of nitrogen and carbon imposed by gaseous nitriding and carburizing atmospheres, Surf. Eng., 12(2), 1996.
- J.R. Davis, Surface Hardening of Steels- Understanding the Basics, ASM International, 2002.
- [3] Iset Kasserine, Matériau Métallique, (chapitre 9), Elaboré par : HIDOURI Abdelmoumen Technologue à ISET Gafsa Année universitaire, 2016-2017.
- [4] Raymond Langevin, Guide D'auto-Apprentissage pour les opérateurs en traitement thermique), septembre 2015.
- [5] Daniel Duchateau, Aime Laurent, Jean Paul Peyre, Bernard Raffal, Daniel Thomas, Interactions Traitements Thermiques Traitements De Surface Sur Les Aciers, Edition CETIM 1997.
- [6] Ateliers de traitement thermique – Hygiène et sécurité. Cahiers de notes documentaires, CNRS No183, 2e trimestre 2001, p.6.
- [7] [www.soloswiss.fr/traitement\\_thermique\\_solo/la-trempe-et-le-revenu/index.html](http://www.soloswiss.fr/traitement_thermique_solo/la-trempe-et-le-revenu/index.html)].
- [8] [www.eurotherm.tm.fr/industries/heat-treatment/library/metallic-alloys/](http://www.eurotherm.tm.fr/industries/heat-treatment/library/metallic-alloys/)
- [9] D.Ghiglione, C.Leroux, Pratique des traitements thermo-chimiques, cémentation, carbonituration, Technique de l'ingénieur M1226, page 2-20.
- [10] X. An, J. Cawley, W.M. Rainforth and L. Chen, Spectrochimica Acta-Part B, 2003, 58.
- [11] Said Bensaada, Traitements Thermiques, Classification Et Designation Des Aciers Et Des Fontes, Université de biskra, Novembre 2019.
- [12] G. Krauss, Microstructure and properties of carburized steel, Metals handbook. Heat treating, vol. 4. ASM International ; 1991.
- [13] P. Michaud, Compréhension du rôle des éléments carburigènes dans la performance de nuances d'aciers destinées aux outillages pour l'injection d'alliages légers, aciers spéciaux N°35,1986.
- [14] G. Krauss, Microstructure, Residual Stress, and Fatigue of Carburized Steels, Proceedings Quenching and Carburizing, 1991, The Institute of Materials, Melbourne, p.205-225.
- [15] T. Christiansen and M.A.J. Somers, Revue de Matériau ographie Struers, 2006, 9, p.1- 17.
- [16] Nait Zahra, M. A. Caractérisation physico-chimique, calculs thermodynamiques des phases et simulation de la cinétique de croissance des couches de borures formées sur des substrats métalliques. (2012).
- [17] Kayalı, Y., Büyüksaçış, A. & Yalçın, Y. Corrosion and wear behaviors of boronized AISI 316L stainless steel. Met. Mater. Int. 19, p.1053–1061 (2013).
- [18] Gunes, I. et al. Investigation of diffusion kinetics of plasma paste borided AISI 8620 steel using a mixture of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> paste and B<sub>4</sub>C/SiC. Sadhana - Acad. Proc. Eng. Sci. 38, p.513–526 (2013).
- [19] Zhimei SUN, Yanchun ZHOU, S. L. Tribological Behavior of Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-based Material. J.Mater. Sci. Technol. 18, p.142–145 (2002).
- [20] V.Ivchenko, M.Lesnaya, V.Nemchenko, T. Y. K. some physical properties of ternary compound in the system Ti-Al-C. Powder Metall. Met. Ceram. 5, p.367– 369 (1976).
- [21] A. Prôner, Revêtements par projection thermique, technique de l'ingénieur, Vol. (MD3), 1645(1999).

- [22] Technologie de revêtement par projection thermique ,2012. ASM International Thermal Spray, [www.tss.asminternatioal.org](http://www.tss.asminternatioal.org).
- [23] Larbi El Abdellaoui. Modulation de la microdureté Vickers des couches minces électrolytiques de Ni-P, Université Paul Verlaine - Metz, 1994.
- [24] D. Tabor., The hardness of solids, *Review of Physics in Technology*. 1: p.145, 1970.
- [25] M.L. Zani., Les appareils de mesure de dureté. Mesures., 766 , 2004.
- [26] M. Cartier, P. Kapsa, Usure des contacts mécaniques - Problématique et définitions. *Techniques de l'Ingénieur*, 2001. BM5065 : p. 1 - 10.
- [27] G.W.Stachowiak et A.W.Batchelor, "Engineering Tribology", Editions Elsevier, 1993
- [28] H. C. Meng et K. C. Ludema, "Wear Models And Predictive", Vol. 183, pp. 443– 457, 1995.
- [29] C. Rotty, A. Mandroyan, M. Doche, and J. Y. Hihn, "Electropolishing of CuZn brasses and 316L stainless steels, Influence of alloy composition or preparation process (ALM vs. Standard méthode), *Surf. Coat. Technol.*, vol. 307, pp. 125– 135, 2016.
- [30] M.R. Vankandingham., Review of instrumented indentation. *J. Res. Natl. Inst. Stand.Technol*, 108: 2003.
- [31] W.D. Nix, H. Gao., Indentation size effects in crystalline materials, *J. Mech. Phys. Solids.*, 46 (3) : p.411, 1998.
- S.G. Corcoran, R.J. Colton, E.T. Lilleodden, W.W. Gerberich., Anomalous plastic deformation at surfaces : Nanoindentation of gold single crystals, *Phys. Rev. B* 55 (24) : p.16057, 1997.
- [32] D.R. Clarke, R. Tandon., Factors affecting the fracture resistance of siliconnitride ceramics. *Mater. Sci. Eng., A* 195: p.207, 1995.
- G.M. Pharr., Measurement of mechanical properties by ultra-load indentation, *Mater. Sci. Eng., A* 253 (1-2): p.151, 1998.
- [33] T.Y. Tsui, G.M. Pharr., Substrate effects on nanoindentation mechanical property measurement of soft films on hard substrats. *J. Mater. Res.* 14 (1): p.292, 1999.
- R. Saha and W. D. Nix., Effects of the substrate o the determination of thin film mechanical properties by naoindentation. *Acta Mater.*, 50 (1) : p.23, 2002.
- [34] Z. Fan, J. G. Swadener, J. Y. Rho, M. E. Roy, and G. M. Pharr., Anisotropic properties of humain tibial cortical bone as measured by nanoindentation., *J. Orthopaed. Res.*, 20 (4) : p.806, 2002.
- [35] J.G. Swadener, B. Taljat, G.M. Pharr., Measurement of residuel stress by load and depth sensing indentation with spherical indenters. *J. Mater. Res.*, 16 (7): p.2091, 2001.
- [36] A.S Asif and J.B. Pethica., Nano-scale indentation creep testing at nonambient temperature. *J. Adhesion.*, 67 (1-4): p.153, 1998.
- [37] B. J. Briscoe, L. Fiori, and E. Pelillo., Nano-indentation of polymeric surfaces. *J. Phys. D- Appl. Phys.*, 31 (19): p.2395, 1998.
- [38] W.C. Oliver, G.M. Pharr., An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.*, 7 (4): p.1564, 1992.
- [39] X.D. Li., B. Bhushan., A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications, *J. Mater. Charac.* 48: 2002.

- [40] B. Bhushan, A.V. Kulkarni, W. Bonin, and J. T. Wyrobek., Nanoindentation and picondentation measurements using a capacitive transducer system in atomic force microscopy. *Phil. Mag.*, A 74 (5): p.1117, 1996.
- [41] D. Newey, M. A. Wilkins, and H. M. Pollock., An ultra-low-load penetration hardness test. *J. Phys. E-Sci. Instrum.*, 15 (1): p.119, 1982.
- [42] T. J. Bell, A. Bendeli, J. S. Field, M. V. Swain, and E. G. Thwaite., The determination of surface plastic and elastic properties by ultra-micro indentation. *Metrologia* 28 (6) : p.463, 1991.
- [43] N.X. Randall, R. Consiglio., Nanoscratch tester for thin film mechanical properties characterization. *Rev. Sci. Instrum.*, 71 (7): p.2796, 2000.
- [44] Tableau prise de la base centrale logistique de Beni Mered (BCL)
- [45] H. Marouf, caractérisation structurale et mécanique du joint soudé de liaison bimétallique Acier Ordinaire E36/Acier anti-usure NAXTRA70 utilisé par l'unité Grue de Bejaia dans l'assemblage de la pelle chargeuse et godet d'excavation.
- [46] <http://fr.wikipedia.org/w/index.php?oldid=74390430>
- [47] Recueil de normes françaises des produits sidérurgiques Tome 2 nuances et qualités II édition (1978) page (25).
- [48] P. Michaud, Compréhension du rôle des éléments carburigènes dans la performance de nuances d'aciers destinées aux outillages pour l'injection d'alliages légers, aciers spéciaux N°35, 1986.
- [49] Abdelhalim Brahim, Mohamed Sidi Moussa « Nituration solide de l'acier 23MCD5 » Laboratoire de traitements de surfaces et matériaux, LTSM, Université de Saâd Dahleb Blida, B.P no 270, Route de Soumaa, Blida, Algeria.
- [50] Chouit Fairouz, Elaboration et caractérisation des matériaux des revêtements de type (Ni-Al-Zn) par projection thermique, Mémoire de Magister, année universitaire 2008, Badji Mokhtar Annaba.
- [51] Nature of Thermal Spray Coatings, <http://www.gordonengland.co.uk> ,
- [52] J.M. Miguel \*, J.M. Guilemany, S. Vizcaino, Tribological study of NiCrBSi coating obtained by different processes, CPT (Thermal Spray Centre). *Materials Engineering. Dept. d'Enginyeria Química i Metallúrgia. Universitat de Barcelona. C/Martí i Franque's, 1. E-08028 Barcelona, Spain, Tribology International* 36 (2003) p 181–187.