

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE : SCIENCE & TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT : GENIE MECANIQUE



DOMAINE : TECHNOLOGIE

FILIERE : GENIE MECANIQUE

OPTION : PRODUCTIQUE

Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique

Présenté Par: SAHRAOUI NABIL

KORICHE ABDELGHANI

Intitulé

**Etude d'élaboration et Caractérisation des
Composés métallique revêtant Les acier**

Soutenu devant le jury composé de:

BENDJAIMA .T

Université : M'sila

Président

Prof .BENARIOUA .Y

Université : M'sila

Rapporteur

DAOUDARIA

Université : M'sila

Examineur

Année universitaire : 2016 /2017

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier « Dieu » tout puissant.

Je remercie mon directeur de travail : Prof .BENARIOUA .Y.
qui a un rôle important dans le déroulement de cette étude.

Je désire exprimer toute ma gratitude à mes enseignants des
faculté de mécanique .

Mes vifs remerciement à : Mr. HADJI M, j'adresse aussi mes
remerciements à Mes amis.

A tous les membres de ma promotion surtout spécialité
productique.

Je ne pourrais de oublier de remercier chaleureusement la
promotion sortante Génie mécanique 2016-2017.

Je souhaite également exprimer ma reconnaissance à mes
parents.

Sans oublier tout le personnel de L'unité algal+, pour leurs
coopérations et leurs gentillesse.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail a...

Mes chers parents :

Mon père : abd elaziz

Ma mère : barkahoom.

Mes frères : Ayach, Fouaz, Nabila .

A toute ma famille, surtout mon très très cher

SERBAH



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail a...

Mes chers parents :

Mon père : ELDJEMAI

Ma mère : NOUARA.

A TOUT E Mes frères .

A toute ma famille KORICHE.

Résumé

L'objectif de mon travail de mémoire a d'étudier les propriétés physiques et mécaniques des surfaces nitrurées de quatre types d'aciers traités. Ce travail traite l'étude des propriétés tant de point de vue physico-chimique que mécanique des surfaces des aciers produits de ces traitements. Le moyen de caractérisation utilisé lors de cette étude c'est: l'analyse métallographique. L'échantillons ont été examinés par la microscope optique .

Les résultats de cette étude ont montré que quel que soit la nuance d'acier utilisé le traitement de nitruration produit des changements structuraux et mécaniques importants dans le matériau traité, il permet d'avoir une pièce composée de deux aciers très différents : l'âme de pièce demeure un acier extra-doux permet d'absorber les déformations et les chocs, tandis que la couche superficielle est un acier très nitruré de dureté plus élevée s'étend sur quelques millimètres de profondeur qui dépend de conditions de traitement et de la nuance de l'acier utilisé.

Mots clés: nitruration, traitement de surface , aciers, traitement thermique, dureté, microscope optique.

Summary

The objective of my work of memory was to study the physical properties and mechanical of nitriding face-hardened surfaces of four types of treated steels, this work treats the study of the properties as well from physicochemical point of view as mechanical of surfaces of produced steels of these treatments. The mean of characterization used at the time of this study is: metallographic analysis.

The results of this study showed that however the nuance of steel used, treatment of nitriding product structural and mechanical changes significant in treated material, it makes it possible to have a part made up of two very different steels: the heart of part remains an ingot- iron makes it possible to absorb the deformations and the shocks, while the surface layer is a very high-nitrogen steel of higher hardness extends on a few millimeters of depth which depends on conditions of treatment and the nuance of used steel.

Key words : nitriding, Surface treatment, , Steels, Heat treatment, Hardness, Optical

ملخص :

الغرض من هذه المذكرة هو دراسة الخصائص الفيزيائية والميكانيكية للأسطح النيتريدية من أربعة أنواع من الصلب المعالج. يتناول هذا العمل مع دراسة خصائص كل نقطة الفيزيائية نظر منتجات الصلب الميكانيكية لهذه الأسطح المعالجة. وسائل توصيف المستخدمة في هذه الدراسة هي: تحليل فحص المعادن. تم فحص العينات بواسطة المجهر الضوئي.

أظهرت نتائج هذه الدراسة أنه بغض النظر عن درجة من الصلب المستخدمة في العلاج نيترة أنتجت التغييرات الهيكلية والميكانيكية الهامة في المادة المعالجة، فإنه يساعد على الحصول على قطعة تتألف من اثنين من الفولاذ مختلفة جدا: الروح قطعة يبقى الصلب خارج خفيفة لامتصاص التشوّهات والصدمات، في حين أن الطبقة السطحية هي صلبة جدا من الفولاذ العالي تمتد بضعة ملليمترات من العمق الذي يعتمد على ظروف التصنيع والصنف من الفولاذ المستخدم.

الكلمات المفتاحية : النيتريدية, الفولاذ, المعالجة الحرارية, المعالجة السطحية, الصلابة, المجهر الضوئي ,

Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre I : I- les aciers et leurs traitements thermochimiques	
I.1.Introduction.....	3
I.2.Composition des aciers.....	3
I.3. Influence des éléments d'addition sur les aciers.....	4
I.4. Diagramme d'équilibre fer carbone.....	4
I.5. Les différentes phases des aciers.....	6
I-6. Différentes familles des aciers.....	7
I-7 Propriétés des aciers.....	8
I-8 Traitements thermiques des aciers.....	8
I-9 Les procédés des traitements thermochimiques.....	9
I-9-1 Cémentation.....	9
I-9-2 La Nitruration.....	9
chapitre II:nitruration des aciers	
II-1. INTRODUCTION.....	11
II- 2. But de la nitruration.....	12
II- 3. Principe de nitruration.....	12
II- 4. Formation et composition de la couche de nitrure.....	12
II- 5 La couche de nitrure et ses constituants:.....	13
II- 6 Nitruration types et utilisation:.....	14
II-6.1 La nitruration liquide.....	15
II-6.2 La nitruration gazeuse:.....	15
II-6.3 La nitruration ionique.....	15
II-7 Carbonitruration en bain de sel.....	16
II-8 Couches de nitrures de fer.....	16
II-9 Diagramme de phase Fe-N	17
II-10 Propriétés de couches de nitrures de fer.....	19
II-11 Nature des aciers nitrurés.....	20
II-12 Nature de la source de l'azote.....	20
chapitre III Procédures expérimentales	
III-1. INTRODUCTION.....	21
III-2. Matériaux étudiés	21
III-3. préparation des échantillons.....	23

III -3.1 Le découpage à froid.....	23
III - 3.2 Le polissage:.....	24
III - 4 Essai de dureté :.....	25
III-5.1 Traitement de nitruration.....	27
III - 5.2.Principe de nitruration.....	28
III -5.3 Comment se fait La nitruration gazeuse:.....	28
III -6. Caractérisation.....	29
III-6.1 Caractérisation métallographique.....	30
III-6.2 Polissage des échantillons.....	30
III-6.3 Attaque chimique	30
III-7. Microscopie optique.....	30
Chapitre IV : Résultat et discussion	
IV-1 Introduction.....	32
IV-2 Informations apportées par le microscope optique.....	32
IV-2-1 Pour les aciers traités à 600°C.....	32
IV-2-1 Pour les aciers traités à 500°C.....	35
IV-2-1 Pour les aciers traités à 400°C.....	35
IV-3 Informations apportées par dureté.....	38
Conclusion général.....	40
références.....	41

Introduction général

De tous les alliages métalliques, les aciers sont parmi ceux les plus couramment employés dans les applications industrielles. La grande diversité de leurs nuances et la possibilité de réaliser les traitements thermomécaniques conditionnant les propriétés mécaniques de ces aciers permettent de couvrir une gamme d'applications extrêmement large. Leurs propriétés mécaniques sont étroitement liées à la microstructure de l'alliage, donc à sa composition et aux traitements thermiques appliqués. Enfin, leurs faibles coûts présentent un grand intérêt pour leurs utilisations.

Les éléments d'alliages, entrant en solution solide interstitielle ou substitutionnelle, jouent un rôle prépondérant dans les différentes transformations de phases des aciers. L'étude de leur rôle, de leur influence et des conditions dans lesquelles elles surviennent constitue donc une étape incontournable dans la compréhension des différentes propriétés d'un alliage. Ces éléments influent sur les différentes propriétés en modifiant les transformations, leur cinétique, et par conséquent, les microstructures obtenues.

L'objectif de ce travail consiste à optimiser la composition et la structure d'un acier devant être mis en forme par un procédé de tréfilage. L'acier doit présenter des caractéristiques mécaniques élevées après traitements thermiques appliqués : l'obtention d'une ductilité importante et d'une résistance mécanique élevée sera visée. De ce fait, le choix des structures s'est naturellement imposé pour les applications souhaitées. Les propriétés mécaniques de ces structures sont très largement conditionnées par la précipitation se produisant aux différentes étapes du traitement. Ainsi, la composition chimique, la taille et la répartition des précipités sont autant de paramètres essentiels pour la caractérisation de ces états. C'est pourquoi, l'optimisation de la composition nécessite essentiellement de comprendre le rôle des divers éléments d'alliages au cours des transformations de phases.

Ainsi, nos travaux se sont orientés vers l'analyse précise des transformations de phases et du rôle des éléments d'alliages. Plusieurs éléments seront étudiés au cours de cette mémoire : l'azote, le silicium, le manganèse, le vanadium et le chrome.

Le présent mémoire se découpe en quatre chapitres :

Le premier chapitre consiste en une synthèse bibliographique des connaissances sur l'acier en générale qui explique l'histoire et les différents types d'acier

Au cours du deuxième chapitre, les matériaux étudiés et les diverses méthodes expérimentales utilisées lors de cette étude sont décrits.

Le troisième chapitre s'attache à la caractérisation des structures initiales des différentes nuances élaborées afin de déterminer les conditions expérimentales nécessaires à l'obtention d'une microstructure comparable à celle de la nuance industrielle étudiée. Pour cela, les points caractéristiques de transformation et l'influence de la température sur la grosseur de la taille de grains d'acier .

Enfin, dans un dernier chapitre, nous nous intéressons à la possibilité d'élaborer une nouvelle nuance d'acier. Cette nuance, de composition chimique modifiée, est optimisée par rapport aux exigences de l'application de la nuance de base, tant du point de vue de ces propriétés mécaniques qu'au vu des limitations du procédé industriel de sa mise en forme.

Les conclusions et les perspectives possibles à cette étude sont finalement dégagées à la fin de ce manuscrit.

CHAPITRE I : LES
ACIERS ET LEURS
TRAITEMENTS
THERMOCHIMIQUES

I- les aciers et leurs traitements thermo-chimiques

I-1 Introduction

L'acier est un alliage à base de fer additionné d'un faible pourcentage de carbone (de 0,008% à environ 2,11% en masse). La teneur en carbone a une influence considérable (et assez complexe) sur les propriétés de l'acier : au dessous de 0,008 %, l'alliage est plutôt malléable et on parle de fer; au-delà de 2,11%, les inclusions de carbone sous forme graphite fragilisent la microstructure et on parle de fonte.

Entre ces deux valeurs, l'augmentation de la teneur en carbone a tendance à améliorer la résistance mécanique et la dureté de l'alliage, on parle des aciers doux, mi doux, mi durs, durs ou extra durs (classification traditionnelle). On peut acquérir les aciers sous des formes et des propriétés très variées grâce à l'ajout des éléments d'addition et la diversité des traitements thermiques.

Outre ces diverses potentialités, et comparativement aux autres alliages métalliques, l'intérêt majeur des aciers réside d'une part dans le cumul de valeurs élevées dans les propriétés mécaniques fondamentales, résistance aux efforts (module d'élasticité, limite élastique, résistance mécanique), dureté et résistance aux chocs (résilience). D'autre part, leur coût d'élaboration reste relativement modéré, car le minerai de fer est abondant sur terre (environ 5% de l'écorce).

On peut néanmoins leur reconnaître quelques inconvénients, notamment leur mauvaise résistance à la corrosion, mais à laquelle on peut remédier, soit par divers traitements de surface (peinture, brunissage, zingage, etc.), soit par l'addition d'éléments réalisant des nuances dites inoxydables. Par ailleurs, les aciers sont difficilement moulables, donc peu recommandés pour les pièces volumineuses de formes complexes (bâtis de machines, par exemple). On leur préfère alors des fontes [1].

I-2 Composition des aciers

En fait, les aciers sont des alliages fer-carbone contenant du silicium, manganèse, soufre et phosphore en quantité faible pour la famille des aciers non alliés. Des additions judicieuses d'éléments, comme le Si, Ni, Mo, Cr,... au cours de l'élaboration ou du traitement de l'alliage liquide permettent de modifier le comportement à la solidification et aussi d'ouvrir l'éventail des structures obtenues. Cette catégorie d'aciers faiblement ou fortement alliés offre une gamme de performances mécaniques, physico-chimiques, électriques,... assez considérable. De plus, ces

matériaux se prêtent bien aux traitements thermiques, ce qui permet encore d'en diversifier les performances[2].

I-3 Influence des éléments d'addition sur les aciers

L'action des éléments d'addition sur les caractéristiques des aciers dépend essentiellement de deux facteurs :

Le premier facteur est le type de modification qu'ils apportent de stabilité de l'austénite. Certains éléments, appelés gammagènes tels que le nickel et le manganèse, élargissent le domaine de stabilité de l'austénite et abaissent les températures de transformation. On peut donc obtenir des structures austénitiques. D'autres éléments, dits alphagènes comme le silicium, le chrome et le molybdène rétrécissent le domaine de stabilité de l'austénite et élèvent les températures de transformation.

Le deuxième facteur est la tendance des éléments à se substituer en partie aux atomes de fer de la cémentite Fe_3C , ou à former des carbures. Par ordre d'affinité avec le C : Cr, W, Mo, V, Ti, Nb. Le Si et le Ni qui ne forment pas des carbures se retrouvent en solution dans la ferrite. Les éléments les plus fréquemment incorporés sont, outre le silicium et le manganèse, le nickel et le chrome; le molybdène, le tungstène et le vanadium, puis, moins fréquemment, l'aluminium, le titane, le niobium. Le cobalt, le cuivre, le bore, le soufre, le phosphore, l'azote répond aussi à certains buts particuliers.

Selon le pourcentage, chaque élément confère à l'acier des propriétés spécifiques déterminées. En présence de plusieurs éléments, une description des principales influences sur l'acier par des éléments d'alliage et des impuretés [3].

I-4 Diagramme d'équilibre fer-carbone

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

Toutefois, ce diagramme n'est valable que pour des aciers non alliés, c'est-à-dire ne contenant que du fer et du carbone. Certains éléments d'alliage favorisent l'élargissement de la phase γ (éléments gammagènes) et certains autres favorisent le cas inverse (éléments alphagènes). Il

existe deux diagrammes fer-carbone, car il existe du carbone à l'état libre (graphite), et du carbone en combinaison chimique (cémentite). Il y a donc un diagramme fer-graphite (dit diagramme stable) et un diagramme fer-cémentite (dit diagramme métastable) [4].

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

En dessous de 721°C et au-dessus de 1394°C °C, le fer (fer α) a une structure cristalline cubique à corps centré (structure cristalline à température ambiante). Il ne dissout pratiquement pas le carbone, il est doux, très malléable.

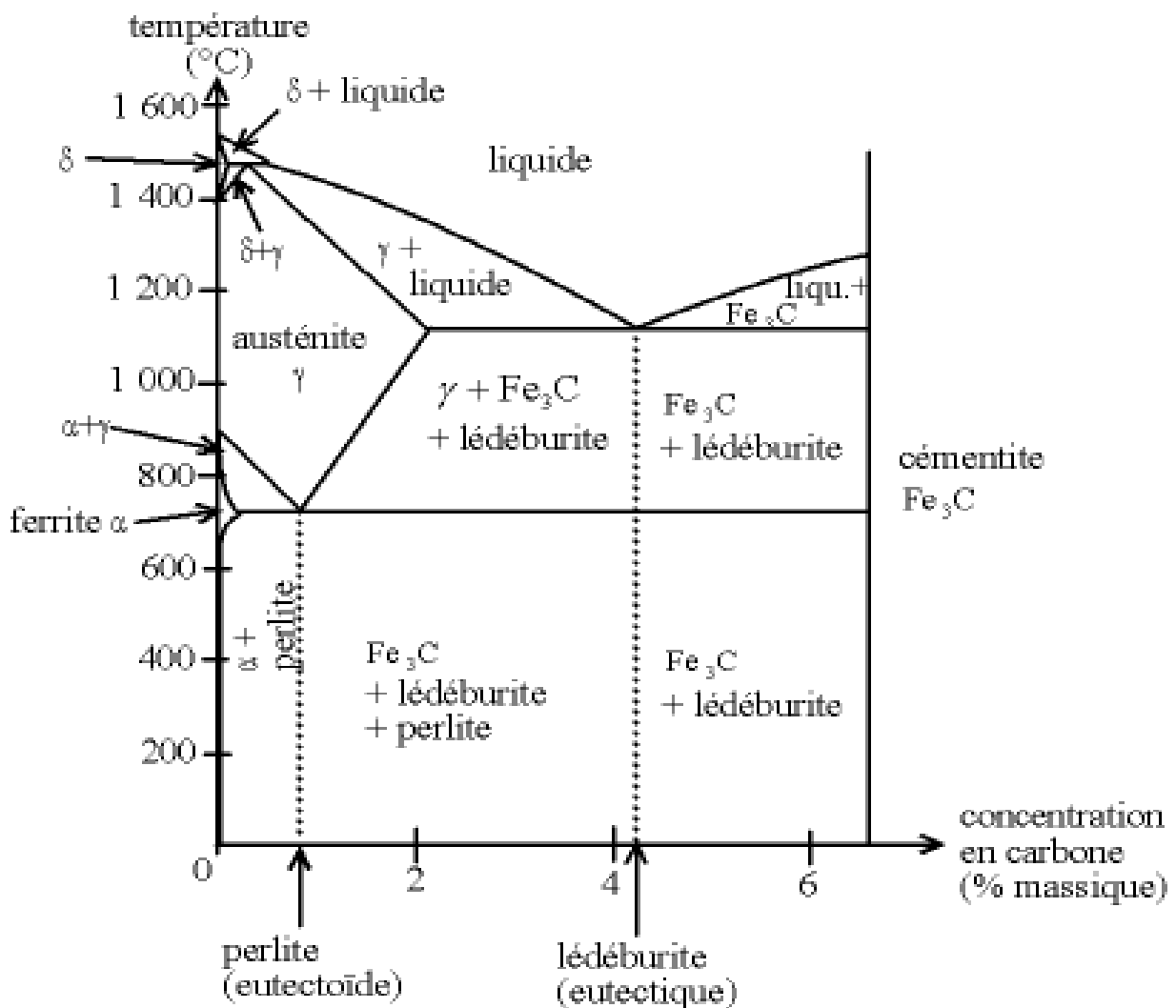


Figure (I-2): Diagramme de phase fer-carbone, permettant de visualiser les conditions d'existence des formes d'acier. [3]

Entre 723°C et 910°C jusqu'à 1394°C °C, le fer (fer γ) a une structure cristalline cubique à faces centrées. Il dissout facilement le carbone.

On distingue plusieurs types d'aciers selon le pourcentage de carbone qu'ils contiennent :

les aciers hypoeutectoïdes (de 0,008 à 0,8 % de carbone) qui sont les plus doux, ils sont composés de ferrite et de perlite;

les aciers eutectoïde (0,8% de carbone), ils sont composés de perlite (structure lamellaire);

les aciers hypereutectoïdes (de 0,8 à 2,11 % de carbone) qui sont les plus durs, ils sont composés de perlite et de cémentite.

On distingue les aciers selon leur structure cristallographique:

les aciers ferritiques, qui ont une symétrie cristalline cubique centrée (fer α);

les aciers austénitiques, qui ont une symétrie cristalline cubique à faces centrées (fer γ ou austénite);

les aciers martensitiques, qui contiennent des aiguilles de carbures (martensite).

I-5 Les différentes phases des aciers

Voici ci-dessous les caractéristiques des constituants métallographiques des aciers du diagramme fer-carbone de la figure (I-2). La martensite, la bainite, la troostite et la sorbite ne se trouvent qu'après un traitement thermique. Une micrographie, est une représentation de ce que l'on voit d'un échantillon de matière au microscope.

La ferrite c'est une solution solide de carbone dans le fer (structure cubique centrée). C'est de fer pratiquement pur qui ne contient que de traces de carbone (0.008%) à température ambiante et la solubilité maximale est de 0.02% à 727°C. L'austénite est une solution solide de carbone dans l'allotropie γ du fer, qui est stable entre 910°C et 1394°C. Cette allotropie a une structure cristallographique cubique à faces centrées, qui permet une grande solubilité du carbone (jusqu'à 2,1% massique à 1147°C. La cémentite est un composé chimique dont la formule est Fe_3C dont la structure est orthorhombique. Elle contient 6,67% de carbone et elle peut contenir des éléments tel que le Cr. Elle apparaît en blanc après attaque au Nital sans que l'on puisse distinguer les joints de grains. La perlite C'est un agrégat formé de 89% de ferrite et 11% de

cémentite qui peut avoir deux aspects lamellaire ou globulaire. On distingue une alternance de bandes claires et sombres qui ne représentent pas les constituants mais correspondent aux zones planes et inclinées de l'échantillon, provoquées par l'abrasion préférentielle causée par le polissage. A faible grossissement, les lamelles peuvent ne pas être distinctes[5].

I-6 Différentes familles des aciers

On classe les aciers en prenant pour critère, soit l'emploi (aciers d'usage général, aciers de construction mécanique), soit la composition chimique (aciers au carbone, aciers faiblement et fortement alliés), soit la structure notamment pour les aciers inoxydables (austénitiques, austéno-ferritiques, martensitiques, ferritique), soit encore les traitements thermiques (trempe, cémentation, nitruration), soit même les applications spécifiques (réfractaires, résistants à l'usure, aciers à outils pour roulements, pour ressorts) [6].

Pour la classification par l'emploi, la désignation commence par la lettre S pour les aciers d'usage général et par la lettre E pour les aciers de construction mécanique. Pour la classification par composition chimique; la désignation des aciers non alliés se compose de la lettre C suivie du pourcentage de la teneur moyenne en carbone multipliée par 100. S'il s'agit d'un acier moulé la désignation est précédée de la lettre G.

Dans les aciers faiblement alliés, aucun élément d'addition ne dépasse 5% et la teneur en carbone multipliée par 100. Suivi des symboles chimiques caractérisant les éléments d'addition par ordre de teneur décroissante. Ces symboles sont suivis par la teneur en % de chacun des éléments multipliés par un facteur dépendant de l'élément. Par contre, dans les aciers fortement alliés, un élément d'addition au moins dépasse 5%. La désignation se compose de symbole X suivi de la teneur en carbone multipliée par 100. Suivent des symboles chimiques caractérisant les éléments d'addition par ordre de teneur décroissante. Ces symboles sont suivis par la teneur en % de chacun des éléments.

Les aciers de traitements thermiques sont définis par leur composition chimique. Celle-ci détermine le type de traitement qu'on peut leur appliquer. Les aciers de traitement thermique sont soit des aciers au carbone, soit des aciers alliés contenant en proportions variables, un ou plusieurs éléments d'addition (Cr, Ni, Mo, V, ...)

Les aciers inoxydables comprennent un ensemble de familles d'alliages à base de fer dont la principale propriété est la résistance à la corrosion. Ce sont des aciers alliés au nickel et au chrome. Ces aciers contiennent au moins 10,5 % de chrome et moins de 1,2% de carbone. On

distingue selon leurs structures: aciers inoxydables ferritique et martensitique, aciers inoxydables austénitiques et aciers inoxydables austéno-ferritiques[7].

I-7 Propriétés des aciers

Les aciers constituent une classe de matériaux très vaste possédant une large panoplie de caractéristiques mécaniques. Ils ont un module de Young d'environ 200 GPa, indépendamment de leur composition. Les autres propriétés varient énormément en fonction de leur composition, des traitements thermiques et des traitements de surface auxquels ils ont été soumis

Les traitements thermiques des aciers recouvrent un ensemble d'opérations ayant pour but des transformations structurales à l'état solide sous l'influence de cycles thermiques choisis, afin d'optimiser leurs propriétés mécaniques ou physiques : résistance à la rupture, aux chocs et à l'usure; ténacité; élasticité et la dureté... Les opérations des traitements thermiques sont couramment mise en œuvre dans des fours à l'atmosphères ou sous vide. Les procédés utilisés sont des traitements de durcissement (trempe, cémentation...) et des traitements d'adoucissement (recuits...)[8].

Les traitements de surfaces recouvrent un ensemble d'opérations ayant pour but de modifier les caractéristiques superficielles des aciers afin de leur conférer des propriétés spécifiques telles que : résistance à la corrosion et l'amélioration des caractéristiques physiques et mécaniques superficielles (dureté, glissement...). Les techniques utilisées sont des revêtements métalliques (zinc, chrome, or...); des revêtements non métalliques (peinture, plastique...); des traitements de conversion (anodisation...) et des traitements mécaniques (polissage...)[9].

I-8 Les traitements thermiques des aciers

La science des traitements thermiques repose sur l'existence et sur la possibilité de provoquer des transformations métallurgiques dans la structure cristalline des matériaux par application des cycles thermiques. Le traitement thermique est un moyen de fabriquer des caractéristiques mécaniques.

Il optimise l'emploi d'un matériau et est une solution de renforcement des pièces mécaniques. Associés à ces traitements, les aciers proposent le plus large éventail de choix en terme de propriétés mécaniques et physiques de tous matériaux métalliques. Ces techniques, souvent

complémentaires, prennent de plus en plus d'importance. Elles apportent une forte valeur ajoutée aux matériaux utilisés dans des conditions d'emplois sévères.

I-9 Les procédés des traitements thermochimiques

Les éléments le plus couramment incorporés par diffusion sont le carbone et l'azote; mais les diffusions de soufre sont également utilisées. Nous allons présenter deux types de traitement thermochimiques qui répondent et qui ont une large utilisation dans le domaine industriel.

I-9 -1 Cémentation

La cémentation est le traitement qui fait augmenter le taux de carbone à la surface d'une pièce d'acier ce qui lui permet d'augmenter la résistance à la fatigue sous forte charge ainsi que la dureté. La nitruration est le traitement d'augmentation du pourcentage d'azote. Ce qui offre aux aciers une dureté élevée, une bonne résistance au revenu et à la corrosion (sauf sur les aciers inoxydables), et améliore la résistance aux frottements (évite les grippages).

La carbonitruration est la combinaison d'une cémentation et d'une nitruration. Elle permet une bonne résistance à la fatigue et aux frottements (évitent les grippages). La sulfuration est le traitement qui fait augmenter le pourcentage de soufre ce qui permet une amélioration de la résistance aux frottements mais diminution de la protection contre la corrosion. Il y a d'autres traitements comme la boruration, l'aluminisation, la siliciuration, la chromisation, la manganisation...

L'épaisseur de traitement doit être faible (pas plus de 10 mm), il nous faut donc des aciers avec une faible trempabilité c'est pour ça ils évitent l'emploi d'aciers fortement alliés en rendant possible l'utilisation d'acier moins coûteux comme les aciers au carbone (sans autre élément d'addition que les éléments d'accompagnement, Mn et Si) comme C20, C60, C42, C35 et certains aciers faiblement alliés, par exemple, 25CrMo4, 42CrMo4, 35CrMo4 [10].

I-9- 2 Nitruration

La nitruration consiste à faire diffuser à l'état solide de l'azote généralement depuis un milieu nitrurant gazeux (ammoniac) ou ionique (azote diatomique avec ou sans hydrogène). Les milieux nitrurant gazeux sont les plus utilisés industriellement sous ammoniac NH₃ avec ou sans dilution à l'azote. Le potentiel de nitruration est réglé par la pression partielle d'ammoniac qui

se dissocie à la surface de l'acier pour donner de l'azote monoatomique qui diffusera dans la matrice ferritique [11].

Dans le cas des aciers faiblement alliés, cette diffusion s'accompagne également d'une co-diffusion (ou rétrodiffusion) du carbone. Durant le processus de diffusion se produisent des transformations de phases (dissolution des carbures de revenu, formation de nitrures et de carbures) générant ainsi des gradients de propriétés mécaniques (augmentation de la dureté, génération de contraintes résiduelles) en surface des pièces traitées. L'épaisseur de la couche de nitrure ou couche blanche et la couche de diffusion vont dépendre de différents paramètres dont les plus importants sont le temps, la température et la composition de l'acier. Cette couche blanche peut varier entre 0 et 20 μm et la couche de diffusion jusqu'à 0,8 mm, selon les exigences de l'application.

On peut dire que si l'exécution du traitement thermique a perdu son caractère empirique, si l'on est arrivé à une technique approfondie en ce qui concerne les transformations que subissent les aciers à l'échauffement et au refroidissement, malgré tout, le choix du meilleur traitement à appliquer reste souvent une question d'expérience[12].

CHAPITRE II : LA NITRIRATION DES ACIERS

1. INTRODUCTION

De nombreuses applications nécessitent l'utilisation d'un acier présentant une bonne résistance à l'adoucissement aux températures de fonctionnement. De plus, les zones superficielles des pièces d'aciers soumises à des sollicitations chimiques ont un rôle important car leurs propriétés conditionnent la tenue à la corrosion, à l'abrasion et à la fatigue. On cherche donc souvent à réaliser des couches superficielles présentant des caractéristiques mécaniques et chimiques important reposant sur un coeur résistant.

La nitruration apparaît comme le meilleur compromis .Dans ce chapitre, on appelle l'étude du traitement de la nitruration des aciers, les mécanismes de base et les différentes techniques, les phénomènes essentiels résident dans la modification d'une couche superficielle de la pièce traitée liée à l'apport d'éléments intersticielement diffusant dans pièce traitée et qui va transformer sa zone superficielle en nitrure métallique. Ensuite, on appelle le comportement de la pièce d'acier et discute les critères d'obtention de microstructure, ainsi que la structure et la microstructure des couches nitrurées[13].

La nitruration est un processus thermochimique par lequel la surface d'un métal ferreux est enrichie au nitrogène dans le but d'améliorer la résistance à l'usure des composants. Lors de la carbonitruration, non seulement le nitrogène, mais aussi des petites quantités de carbone sont impliquées dans le processus. Le résultat obtenu est une couche nitrurée constituée par la couche de combinaison ou couche blanche et la couche de diffusion, se trouvant juste au-dessous de la couche de combinaison.

Le processus de nitruration et carbonitruration utilisant du gaz ou un bain de sel a été développé en Allemagne et aux Etats-Unis au début du 20ème siècle. Le développement de la nitruration par bombardement ionique a commencé dans les années 30, mais n'a été commercialisé qu'au début des années Toutes ces trois méthodes de nitruration comportent des avantages et le choix d'une méthode en particulier va dépendre de l'application spécifique du composant nitruré. La nitruration produit un revêtement dur résistant à l'usure sur les aciers au carbone et aciers faiblement alliés, ainsi que la fonte. De plus, la résistance à la fatigue se trouve nettement améliorée et l'oxydation de la surface nitrurée améliore la résistance à la corrosion[14].

II-2 But de la nitruration

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

II-3 Principe de nitruration

La nitruration est une opération chimique qui consiste à faire absorber du carbone par des pièces en acier doux. Il suffit pour cela de chauffer la pièce à traiter à une température suffisante, nécessaire à la formation de la structure austénitique et favorise la diffusion du carbone, en présence d'une source riche d'azote. La couche superficielle absorbe l'azote et se transforme en acier très nitruré dans la zone superficielle. Par refroidissement, la structure de cet acier passe de son état initial à une structure contenant des nitrure de fer durs et cassants. Après la trempe, les pièces subissent un revenu, qui a pour but de diminuer les effets de la trempe en augmentant la résilience et la ténacité et d'abaisser la fragilité et la dureté de la couche cémentée. [15]

II-4 Formation et composition de la couche de nitrure

A température de nitruration, le nitrogène se diffuse dans la surface d'acier et réagit avec le fer en formant du nitrure de fer γ' (Fe_4N), contenant jusqu'à 6 % en poids de N. Avec l'augmentation du nitrogène, la phase ϵ (Fe_3N) se forme, pouvant absorber jusqu'à 11 % en poids de N. Ces deux phases de nitrure de fer, $\epsilon + \gamma'$, forment la couche de combinaison, également désignée "couche de nitrure ou couche blanche. Cette couche de combinaison ne contient aucun métal mais est constituée d'une phase non-métallique, formée par le fer et le nitrogène. Dans les zones périphériques de la couche de combinaison, une couche poreuse peut être trouvée .

Le pourcentage de nitrure γ' et ϵ dépend du contenu en carbone de l'acier: un contenu en carbone plus élevé implique la formation de ϵ , un contenu plus faible en carbone forme plus de nitrure de fer γ' .

La couche de combinaison est relativement dure et sa dureté augmente avec l'augmentation du contenu de nitrure formant les éléments d'alliage, alors que la profondeur de cémentation

diminue. Sous la couche de combinaison se trouve la couche de diffusion contenant du nitrogène en solution solide. Elle contient également des nitrures métalliques formées par les différents éléments d'alliage de l'acier, tels que l'aluminium, le molybdène, le chrome et le tungstène .

En raison de leur fine répartition sub-microscopique, les nitrures dans la couche de diffusion des aciers à faible teneur en carbone ne peuvent généralement pas être observées une fois que l'échantillon métallographique a été attaqué. Le nitrogène en solution solide précipite en forme d'aiguilles de nitrure γ' . Ces aiguilles de nitrure peuvent être attaquées de façon à ce que la couche de diffusion devienne visible et que son épaisseur puisse être mesurée. Sur les aciers d'alliage, la couche de diffusion apparaîtra sombre généralement sur la plupart des images obtenues par analyse métallographique.

II-5 La couche de nitrure et ses constituants:

La couche comporte une zone de combinaison de quelques microns où l'azote est combinée sous forme de nitrures de fer qui renforcent la résistance à l'usure. Possibilité de créer une couche poreuse en extrême surface pour accroître les performances et une couche de diffusion de 0,1 à 1 mm selon la nuance d'acier et le temps de traitement apportant une bonne résistance à la fatigue et à l'usure. (Fig1 les couches de nitruration).

Le traitement de nitruration présente certains avantages comme la diminution de masse minimale et faible distorsion, dureté superficielle élevée, pilotage de la couche superficielle par contrôle du processus au moyen d'un capteur d'hydrogène, amélioration de la résistance à la corrosion principalement par post- oxydation des pièces et résistance de la couche nitrurée à des températures allant jusqu'à environ 500[16].

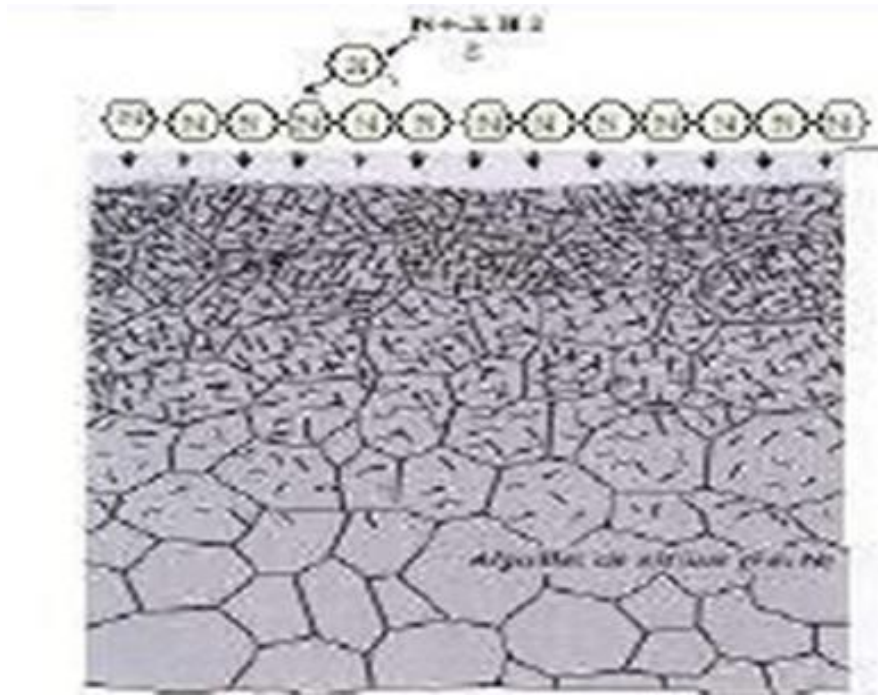


Fig1: les couches de nitruration

II-6 Nitruration types et utilisation

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

nitruration suivant l'état du milieu nitruire :nitruration ionique, nitruration liquide, nitruration gazeuse .

II-6-1 La nitruration liquide

On utilise un bain de sels à base de cyanure CN- dont on considérablement limité la concentration (aujourd'hui quelques %). Cependant les conditions environnementales et de sécurité tendent à faire disparaître ce procédé. On a une réaction du type :



II-6-2 La nitruration gazeuse:

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

II-6-3 La nitruration ionique

Schématiquement, elle s'effectue par décharges électriques entre une anode et les pièces qui forment la cathode. La tension est comprise entre 300 et 1000 V.L'atmosphère est à basse pression (10 à 100 Pa) et constituée d'azote et d'hydrogène. L'azote se dissocie et s'ionise. Les ions N+ sont ainsi attirés par la cathode, leur énergie cinétique permet de chauffer les pièces, les décaper et pénétrer dans la couche superficielle. Les traitements sont ainsi plus précis et plus rapides [17].

II-7 Carbonitruration en bain de sel

La nitro-carburation en bain de sel a lieu dans des fours à creuset chauffés au gaz ou à l'électricité. Le matériau de prédilection pour le creuset est le titane. Après un préchauffage à 350°C, les composants sont immergés dans le bain de sel, soit en suspension ou reposant dans des rampes de chargement, soit en vrac dans des paniers d'acier inoxydable ou d'Inconel. Le bain de sel est constitué de cyanate alcalin et de carbonate alcalin. Par l'oxydation et la réaction thermique avec la surface du composant immergé, à température de nitruration, le cyanate alcalin dégage du nitrogène et du carbone qui se diffusent dans la surface du composant. Une nitruration pure n'est pas possible dans le bain de sel, car il y aura toujours des petites quantités de carbone qui se diffuseront dans la surface. Les paramètres de processus habituels sont de 90 min à 580°C. L'agent de libération actif du nitrogène du bain de sel est le cyanate alcalin. Par le biais de la réaction des ions de cyanate, la quantité de carbonate alcalin dans le bain augmente. En ajoutant un polymère organique, le contenu optimal de cyanate du bain est de nouveau à niveau. Après la carbonitruration, une trempe dans un bain de sel oxydant (380-420°C) produit un oxyde de fer noir (Fe_3O_4) sur la surface. Il remplit les pores de la couche de combinaison et agit comme une protection supplémentaire contre la corrosion. Après un refroidissement à température ambiante, les composants peuvent être polis, puis re-oxydés selon l'application. En raison d'un apport élevé en nitrogène, la carbonitruration en bain de sel produit une couche de combinaison avec des nitrures et carbonitrures ayant perdu ses propriétés métalliques. Les couches cémentées nitrocarburrées sont particulièrement résistantes à l'usure abrasive, traces de frottement, friction de glissement et corrosion. La surface poreuse peut retenir les lubrifiants, ce qui améliore les propriétés de marche des arbres à cames par exemple (Fig. 8). La carbonitruration en bain de sel est un processus rapide, flexible et économique. Les applications typiques sont les pièces utilisées dans l'industrie automobile telles que les tiges de piston, les vilebrequins et les arbres à cames, les soupapes et les engrenages. De plus, les composants nitrocarburrés sont utilisés dans l'industrie aéronautique et off-shore ainsi que dans le génie mécanique[18].

II-8 Couches de nitrures de fer

Dans le procédé classique, l'apport d'azote atomique à la surface de l'acier est obtenu par dissociation thermique d'ammoniac. La température usuelle de nitruration est comprise entre

500°C et 550°C. Elle est inférieure à la température de la transformation eutectoïde à 590°C. Le traitement peut comprendre plusieurs paliers isothermes. Une couche nitrurée comprend en général en surface une zone de combinaison (5 à 30µm) constituée en proportions variables de nitrures de fer Fe₄N relativement ductile, Fe₂₋₃N relativement fragile et de bonnes propriétés tribologiques. Cette zone suivie d'une zone de diffusion (0,05 à 0,8mm) constituée d'une solution solide d'azote en insertion dans la ferrite (nitruure de ferrite) dans laquelle sont précipités des carbonitrures ou nitrures d'éléments alliés comme exemple nitruure de chrome et nitruure d'aluminium sous forme de particules suffisamment fines et résistantes à la coalescence pour conduire à un durcissement par précipitation de la nitruure de ferrite.

II-9 Diagramme de phase Fe-N

D'après le diagramme des phases ci-dessous (fig.2) nous voyons qu'il existe trois domaines monophasés:

Une solution d'azote dans le fer α : Le nitruure Fe₄N - Le nitruure Fe₂₋₃N

Etant donné le taux d'azote décroissant de la surface vers le cœur de la pièce, on obtiendra en partant de la surface les différentes couches suivantes

- Le nitruure
- Un mélange nitruure / nitruure
- Un mélange solution solide α dans le fer nitruure
- Une solution solide α d'azote dans le fer nitruure

Les aciers utilisés en nitruration peuvent être trempés et revenus ce qui donne de meilleurs résultats en nitruration dû à une structure sorbitique avant traitement.

L'introduction de l'ammoniaque directement dans le four donne le gaz porteur. L'azote (N₂) est ajouté pour réguler l'atmosphère. Pendant la nitruration le passage de l'azote dans le fer se fait à partir d'un mélange de gaz constitué de NH₃, N₂ et H₂. Dans le but de réduire ou de supprimer la couche blanche qui présente des caractères non souhaités. Cette technique pourra être remplacée par celle de la nitrocarburation, dans ce cas l'injection du propane ou d'un gaz d'hydrocarbure dans le four sera également injecté.

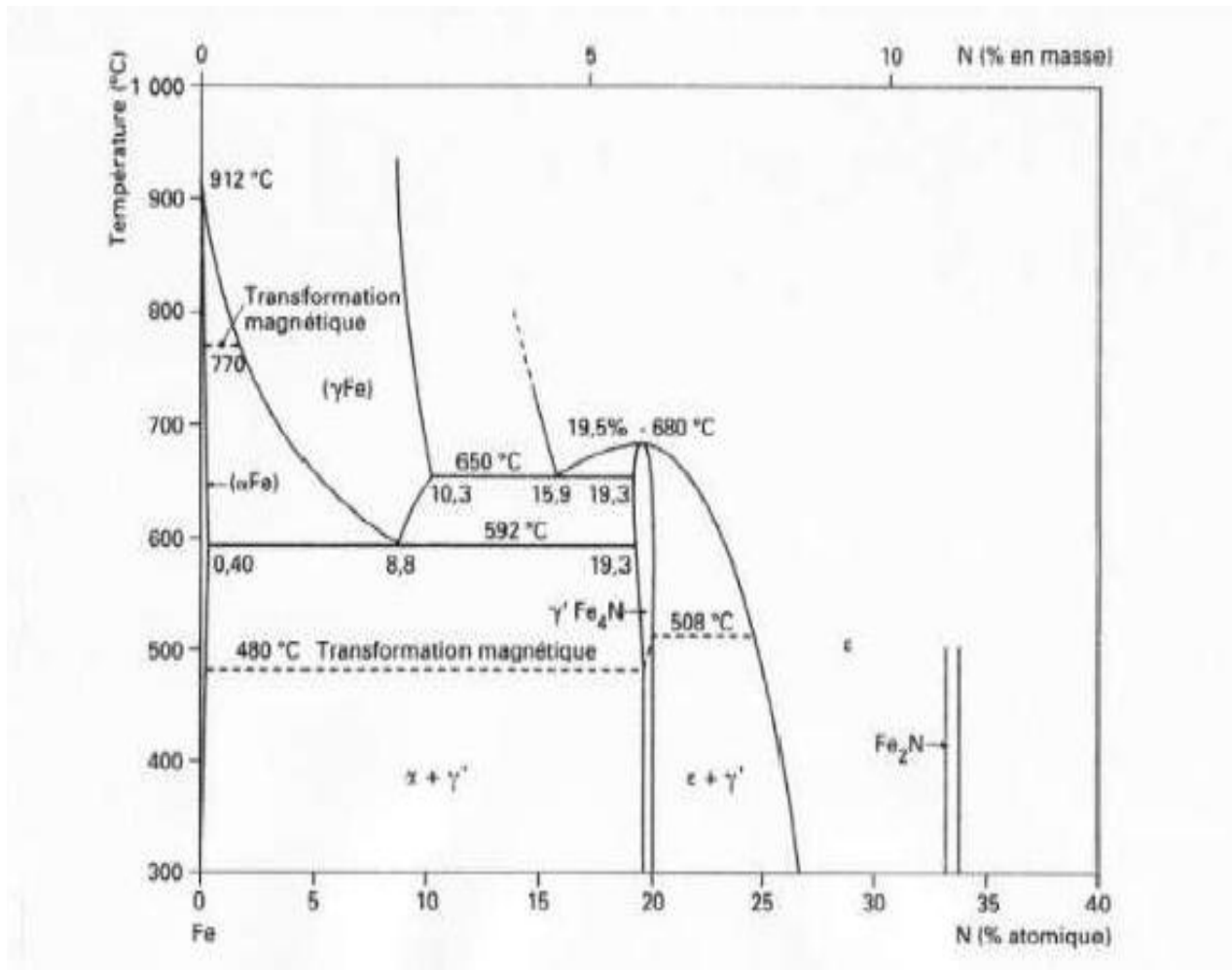


Fig2:Diagramme de phase Fe-N

Au cours du traitement de nitruration plusieurs paramètres peuvent figurer et jouent des rôles important sur revêtement parmi lesquels, la température si la température est trop basse c'adinférieur à 500°C la dissociation de l'ammoniaque sera trop faible si la température est supérieur à 500°C la dissociation de l'ammoniaque devient trop rapide et l'azote naissant résultant de la décomposition de l'ammoniaque se recombine très rapidement sous forme de N_2 inerte. C'est pourquoi il est nécessaire de mesurer et de réguler le taux de dissociation du gaz d'ammoniaque en gaz d'azote et d'hydrogène.

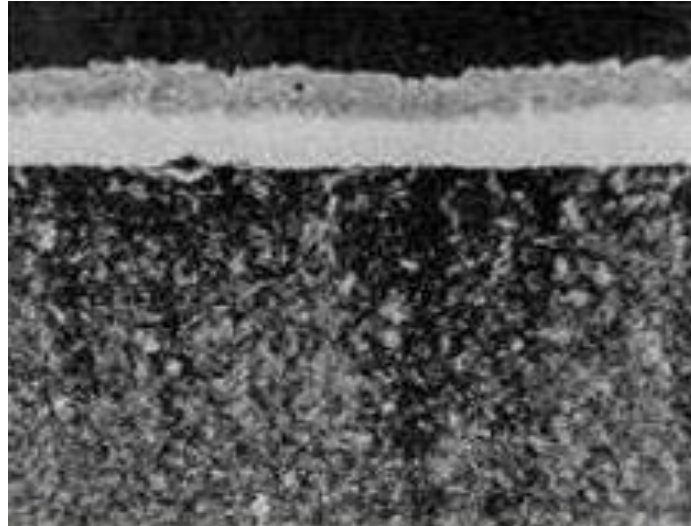


fig.3:La structure après nitruration

La structure après nitruration est constituée de deux zones distinctes (fig.3). En surface on observe une couche de combinaison appelée aussi couche blanche qui peut varier de 0 à 30 μm de profondeur. Elle est formée essentiellement de nitrures. Sous cette couche se trouve une couche de diffusion dont l'épaisseur peut évoluer suivant le temps de traitement (0,05 à 1mm). Un craqueur d'ammoniaque intégré à l'installation est utilisé pour la régulation du potentiel niturant ou comme gaz de protection lors du refroidissement.

II-10 Propriétés de couches de nitrures de fer

Généralement les duretés obtenues pour les couches de nitrure de fer peuvent atteindre 900 à 1100 HV et qui correspond à la zone de combinaison. Cette dureté diminue ensuite graduellement au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la surface en passant par la zone de diffusion jusqu'à l'arrivée des valeurs de dureté stationnaires qui correspondent à l'acier non traité. Cette propriété des couches nitrurées à ne pas perdre leur dureté (600-1100HV) jusqu'à des températures de l'ordre de 500C et ce quelle que soit la durée du séjour à température, et sont associées à une résistance à l'usure élevée. La résistance à l'usure des couches nitrurées est supérieure à celle des aciers cémentés et trempés. Le coefficient de frottement est également favorable. Les couches nitrurées présentent le plus souvent une résistance à la corrosion et à la fatigue-corrosion remarquable. L'opération de nitruration se faisant à température relativement basse, sur cœur stabilisé, en une seule étape et ne mettant pas en jeu de transformation de phases, conduit à des déformations minimales[19].

II-11 Nature des aciers nitrurés

Le traitement de nitruration est usuellement pratiqué sur des aciers trempés et revenu. La température de revenu est supérieure à celle de la nitruration pour éviter des déformations à cœur en cours de traitement. Afin d'obtenir une ténacité convenable à cœur, la teneur en carbone est comprise entre 0,3 et 0,4%. Une addition de molybdène est nécessaire afin d'éviter une éventuelle fragilisation lors du maintien à 500°C. On peut aussi appliquer le traitement de nitruration aux aciers à outils, aciers inoxydables austénitiques et aciers maraging. Le traitement peut comprendre plusieurs paliers isothermes. La nitruration n'a d'intérêt que pour des aciers alliés contenant des éléments tels que Cr, Mo, V, Al[20].

II-12 Nature de la source de l'azote

L'ammoniac est un gaz incolore à odeur suffocante qui permet de le mettre en évidence déjà à faibles concentrations. Sa limite de détection olfactive est égale à 5 ppm. Il est très irritant et agit rapidement sur la muqueuse des voies respiratoires supérieures et sur la conjonctive. Il peut également provoquer des lésions cutanées. Les projections d'ammoniac liquide sont particulièrement dangereuses. Des concentrations de 150 ppm provoquent une irritation des muqueuses, alors que des concentrations de l'ordre de 1000 à 2000 ppm peuvent entraîner une issue fatale. Les gaz contenant de l'ammoniac doivent être systématiquement enflammés à leur sortie du four. L'ammoniac brûle conformément à la réaction $4\text{NH}_3 + 3\text{O}_2 \rightarrow 2\text{N}_2 + 6\text{H}_2\text{O}$. Afin que la combustion soit aussi complète que possible, le gaz sortant est généralement mélangé à un combustible tel que le propane. Une purge sous N_2 doit être impérativement effectuée avant et après chaque injection d'ammoniac dans un four. L'ammoniac est inflammable dans l'air entre 15 et 27%.

CHAPITRE III :
PROCEDURES
EXPERIMENTALES

III-Procédures expérimentales

III-1 Introduction :

Dans ce chapitre nous allons présenter les matériaux étudiés, le mode de préparation des échantillons, les investigations expérimentales utilisées pour l'élaboration des aciers étudiés et les techniques et les équipements utilisés. On décrira les différentes conditions des expérimentations réalisées et la méthodologie concernant l'obtention de caractérisation des couches de nitruration, les zones formées lors de ces traitements et leurs structures; le comportement mécanique notamment la dureté parallèle des couches cémentées. L'étude de caractérisation sera réalisée à l'aide de méthodes expérimentales appropriées. Les couches formées lors de ces traitements seront identifiées par l'analyse métallographique à l'aide d'un microscope optique et à l'aide de la duromètre la dureté des échantillons avant et après traitement de nitruration la dureté des échantillons a été mesuré[21].

III-2 Matériaux étudiés :

On utilise dans ce mémoire quatre types d'aciers dont deux sont faiblement alliés (42 CD 4, XC 48) et deux autres sont fortement alliés (X37CDV5-1, X40CDV5) les deux premiers aciers sont des aciers de construction, ils sont utilisés pour la réalisation d'assemblages soudés de bonne résistance grâce à son excellente soudabilité. Les deux autres aciers sont des aciers fortement alliés et proviennent de l'unité de production algal ces aciers utilisés pour la fabrication des pièces utilisés dans le domaine de la mise en forme à chaud.

42 CD 4 :

Composition chimique en %:

C	Cr	Mo	S	Mn	P	Si
0,38 - 0,45	0,90 - 1,20	0,15 - 0,30	≤ 0,035	0,60 - 0,90	≤ 0,035	0.40

Propriétés et application

Acier de construction faiblement allié au chrome molybdène pour trempe et revenu. Bonne trempabilité à l'huile, bonne résistance aux surcharges à l'état traité. Acier très employé en mécanique, pour des pièces de moyennes à fortes sections : arbres, essieux, crémaillères, vilebrequins, bielles, engrenages. Cet acier est parfois utilisé pour des pièces trempées superficiellement.

XC48:

Composition chimique en %:

C	S	Mn	P	Si
0,52 - 0,50	≤ 0,035	0,50 - 0,80	≤ 0,035	0.40

Propriétés et application

Acier carbone à teneur élevée, utilisée en mécanique générale de part sa bonne usinabilité et ses caractéristiques mécaniques. Apte aux traitements thermiques : ex. à l'huile 820 - 860°C. Pièces soumises aux chocs et nécessitant une bonne résistance : axes, engrenages, vis sans fin, paliers, pignons, boulonnerie, forge (leviers, arbres).

X37CrMoV5-1:

Composition chimique en % :

C	Cr	Mo	V
0.38	5.1	1.35	0.4

Propriétés et application:

Grande résistance à l'usure. Aptitude au polissage. Bonne conductibilité thermique. Aptitudes à tous les procédés de nitruration et aux revêtements de surface. Outillages divers de travail à chaud et Transformation des matières plastiques.

X40CrMoV5

Composition chimique en % :

C	Cr	Mo	V
0.40	5.10	1.35	1.10

Propriétés et application:

Grande résistance à l'abrasion. Nuance adaptée à tous les procès de nitruration et revêtement de surface. Filières d'extrusion et outillages de filage pour l'acier et l'aluminium. Outillages divers de travail à chaud.

III-3préparation des échantillons:

La préparation des échantillons destinés au traitement de nitruration est divisée en deux étapes, le découpage à froid et le polissage traitement de nitruration[22].

3.1. Le découpage à froid :

On effectue un découpage avec la machine de cisailage des métaux figure (III-1). A l'aide de lubrifiant (pour éviter tout échauffement du matériau) des pièces d'acier à nitrurer subissent un découpage. Le but est d'obtenir des éprouvettes cylindriques et rectangulaires avec dimensions déterminées pour les quatre types d'aciers[23].



Figure (III-1) la machine de cisailage des métaux

3.2 Le polissage :

Le traitement de polissage réalisé sur les pièces est un polissage mécanique manuel figure (III-2). Le polissage proprement dit a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane de rugosité minimale, mais également l'élimination de la couche superficielle de l'échantillon dont la microstructure pourrait être non-représentative du matériau (couches d'oxydes ou écrouissage provenant de la découpe...). Le polissage est l'action de polir, de rendre uni et luisant par le frottement. Il est une composante de la finition des pièces mécaniques par laquelle on s'attache non seulement à respecter les cotes imposées, mais en plus à obtenir un bel aspect, un fini ou un état de surface de haute qualité. Pour ce type de préparation, les échantillons ont subi un polissage mécanique à l'aide de papier abrasifs de différents grains. Tous les échantillons ont subi par la suite un

polissage mécanique à l'aide du sablage à l'unité d'algal et ceci avant de les introduire dans le four de traitement.



Figure (III-2) la machine de polissage

III-4 Essai de dureté :

La dureté est la mesure de la résistance d'un matériau à la pénétration. Cette dernière est fonction de plusieurs facteurs dont les principaux sont: la déformation élastique et plastique, le frottement pénétrateur-surface indentée, la géométrie de pénétrateur, ses propriétés mécaniques et la charge qui y est impliquée, on résumé dans le principe de Rockwell. Le pénétrateur est soit une bielle en acier trempé, soit un cône en diamant,(cône pour notre étude) et la charge d'essai peut prendre plusieurs valeurs. La dureté définie à partir de la différence de profondeur de pénétration après application de la charge. Le pénétrateur est appliqué sur la surface de la pièce avec un pré charge F_0 . Il descend alors à un niveau qui sert d'origine aux mesures de profondeur[24].



Figure III.3 : Schéma de principe d'un essai de dureté Rockwell

On mesure alors à l'aide d'un comparateur l'accroissement h de la profondeur de pénétration, entre le début et la fin de l'essai sous pré charge F_0 . La dureté Rockwell, noter HRC dans la figure III.3, se réalise avec un cône de diamant d'angle de 120° et un arrondi de 0,2mm. La charge à appliquer est de 150N.



Figure III.4 L'effet de pénétrateur(cône) sur les pièces

III-5. Traitement de nitruration:

Après avoir mesuré la dureté à l'aide d'un duromètre et en vue de réaliser des couches de nitride de fer sur les différents types d'acier choisi lors de cette étude on a choisi tout d'abord les paramètres sur lesquels ont des effets sur la nature et le comportement des couches obtenues. Pour ceci, le temps de traitement est maintenu constant mais la température de traitement a changé dans l'intervalle de 400 à 600 °C avec un pas de 100 °C. La nature de l'acier joue dans ce travail comme un paramètre [25].

Le traitement de nitruration est effectué dans un four industriel de nitruration de type NACHI. Les paramètres, la capacité et caractéristiques techniques de four ont été indiqués ci-dessous :

Température de service : 550 à 580 °C , Maxi. 600 °C

Capacité de traitement Maxi. 240 kg

Temps nécessaire pour Environ 3 heures jusqu'à augmenter la température 560 °C (pour le four à vide) .

Dimensions intérieures: Di. 500 mm du four De 750 mm

Chauffage Electricité, alimentation 200 V triphasé 50 Hz

Pour le four il est nécessaire d'effectuer la vérification et le réglage avant de procéder à la marche :

Nettoyer soigneusement l'intérieur du four et s'assurer qu'il n'y existe pas de corps étrangers.

Régler les instruments suivants à leurs valeurs de consigne

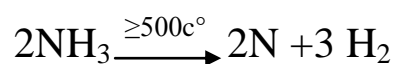
Vérifier la marche du ventilateur pour assurer la propagation de la chaleur .



Figure III.5 : four de nitruration de type NACHI

5.2.Principe de nitruration :

La nitruration s'effectue en général vers 560°C. Il s'agit d'un traitement superficiel qui n'affecte pas le cœur de la pièce. La dureté en surface est très améliorée mais dans ce mémoire on a changé la température pour observer les différents effets sur nos échantillons de type nitruration gazeuse. Lorsqu'il est chauffé en présence d'acier à des températures comprises entre 520 °C et 580 °C, l'ammoniac se décompose relativement lentement en ammoniac craqué et réagit simultanément avec le fer selon la réaction chimique suivante[26]:



5.3 Comment se fait La nitruration gazeuse:

Dans le premier cas on introduit les quatre types d'acier dans le four à température 600°C la durée de chauffe du four est de 5h. Après 5h on commence la nitruration qu'il est injecté l'azote (N₂) de 20 à 30 min, après 20 min la débute l'injection de l'ammoniac (NH₃) avec volume 3.4 Nm³/h et méthanol (CH₃-COOH) avec volume 0.8 Nm³/h la durée est de 8h, après 8h on active le ventilateur intérieur pour refroidir le four jusqu'à 200°C, puis on injecte l'azote à la deuxième fois à 20 min, finalement on arrête le four et on l'ouvre pour enlever les échantillons.

III-6 Caractérisation

Après avoir traité par la nitruration gazeuse dans un four de traitement, les aciers traités pour différentes températures qui sont allés à 16 échantillons comme indique la figure ci-dessous ont subi par la suite un découpage à l'aide d'une tronçonneuse et ceci pour préparer des échantillons qui doivent être destinés à l'étape de caractérisation et de l'analyse. Les nomenclatures des échantillons A_i, B_i, C_i et D_i indiqués ci-dessous dont *i* est la température variée dans la plage de 400 et 600°C.



Figure III 6: représente l'échantillon après le polissage

- A(XC48) nitruré pour (A4) 400°C, (A5) 500°C et (A6) 600°C
- B(42CD4) nitrurés pour (B4) 400°C, (B5) 500°C et (B6) 600°C
- C(Z37CDV5) nitruré pour (C4) 400°C, (C5) 500°C et (C6) 600°C
- D(Z40CDV5) nitruré pour (D4) 400°C, (D5) 500°C et (D6) 600°C

III.6.1 Caractérisation métallographique

La micrographie a pour objectif l'observation de la structure microscopique du matériau ainsi que l'extraction de certaines caractéristiques métallurgiques des échantillons étudiés[25].

III-6.2 Polissage des échantillons

Les échantillons sont polis à l'aide du papier abrasif à finesse croissantes (180, 220, 320, 400, 600 800 et 1000, 2000). Les chiffres correspondent au nombre de grains par unité de surfaces (grains/cm^2). La finition peut s'effectuer par pâtes diamantées ou par un polissage électrolytique. Notre polissage de finition est effectué à la pâte diamantée de granulométrie $3\mu\text{m}$.

III-6.3 Attaque chimique

L'attaque des échantillons met en évidence la morphologie des grains, les défauts ou irrégularités de la surface, les sous-structures, les précipités, les inclusions, etc. La méthode d'attaque utilisée est l'attaque chimique qui provoque une dissolution différentielle des cristaux suivant leur orientation, des phases suivant leur nature ou une attaque spécifique aux joints de grains. Pour révéler la structure des couches intérieures des pièces d'aciers, dans ce travail, l'attaque est effectuée pendant un temps fixé (30 seconds) par une solution Nital dont la composition chimique comporte l'acide nitrique de 3% et alcool éthylique

III-7. Microscopie optique

Le microscope optique est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions (grossissement) et de séparer les détails de cette image afin qu'il soit observable à l'œil nu. Il est utilisé en métallurgie et en métallographie pour examiner la structure d'un métal ou d'un alliage.

L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de

permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée. Mais compte tenu de sa faible résolution, il n'est pas possible de l'utiliser pour une observation fine d'objets rugueux de petite taille.

L'analyse métallographique des faciès des échantillons est effectuée à l'aide du microscope type "Toupview" indiqué dans la figure (III-7) ce type d'appareil permet l'observation des échantillons, avec un grandissement qui varie de 5 à 1000. Les micrographies ont été acquises numériquement à l'aide d'une caméra CDD. Les images sont observées et enregistrées aussi à l'aide d'un PC connecté.



Figure (III-7) : Microscope optique utilisé

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSION

IV-1 Introduction

Dans ce chapitre, seront présentés les résultats obtenus et leurs interprétations. Dans un premier temps, nous présentons et discuterons les résultats apportés par l'analyse métallographique. Nous examinerons ensuite les résultats obtenus par la dureté appliqué sur les différents échantillons avant et après traitement de nitruration.

IV-2 Informations apportées par le microscope optique

Les traitements de nitruration modifient la structure globale des pièces d'aciers traités. Donc, nous allons analyser les changements structuraux provoqués par ces traitements en utilisant le microscope optique, et on va examiner la microstructure des couches et des phases formées après faire ces traitements. La mesure des profondeurs de nitruration par observation métallographique est une autre méthode d'évaluation performante. Des résultats expérimentaux obtenus sur des aciers faiblement alliés et fortement alliés sur des épaisseurs variables sont finalement présentés.

IV-2-1 Pour les aciers traités à 600°C

La micrographie de la figure (IV-1), et figure (IV-2), montre la formation d'une zone superficielle avec des concentrations en azote très élevés à cause de processus d'enrichissement et de diffusion qui transfère l'azote à la surface de la pièce. Puis une zone contient du l'azote à cause de processus de diffusion de l'azote de la surface vers les couche intérieures, qui se trouve avec des concentrations diminuées à mesure que la distance entre l'extrémité et le noyau décroît, c'est la zone de diffusion. Enfin une zone qui représente le substrat où il n'y a pas de diffusion.

Les micrographies optiques, obtenues sous la même grossissement correspondent aux aciers fortement alliés X37 CrMoV 5-1 et X40 CrMoV 5 (figure (IV-3), figure (IV-4)) nitrurés à 600°C montrent que, l'épaisseur des couches composées sur les échantillons nitrurés, mesurée sur l'écran du microscope optique, s'est trouvée augmenter.

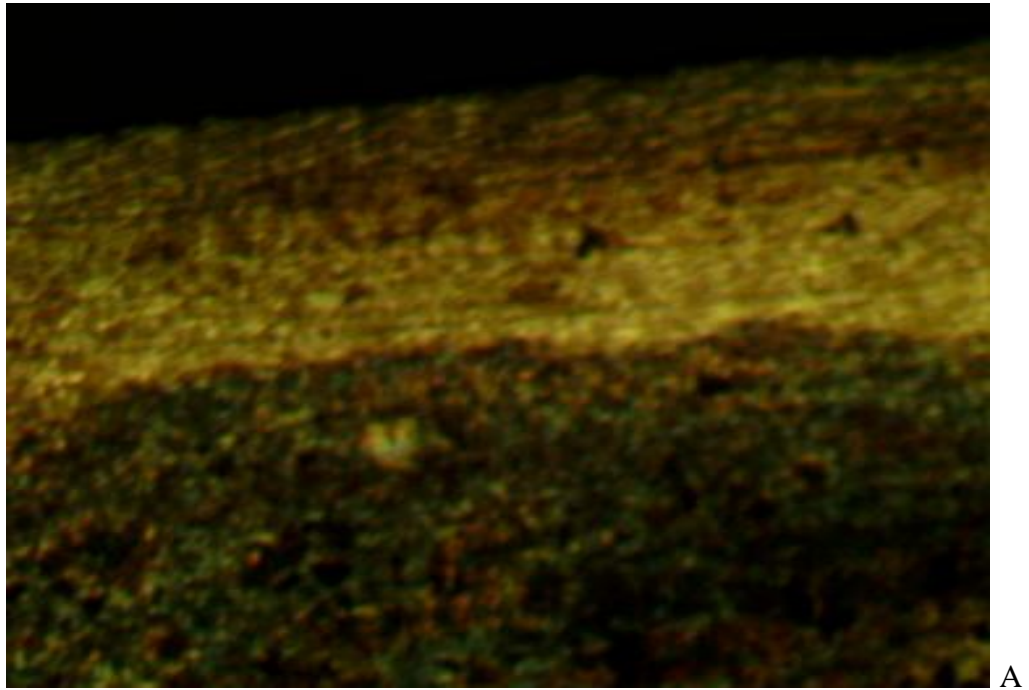


Fig.1: Micrographie de l'acier XC 48 (A) nitruré pour 8 heures à 600°C.

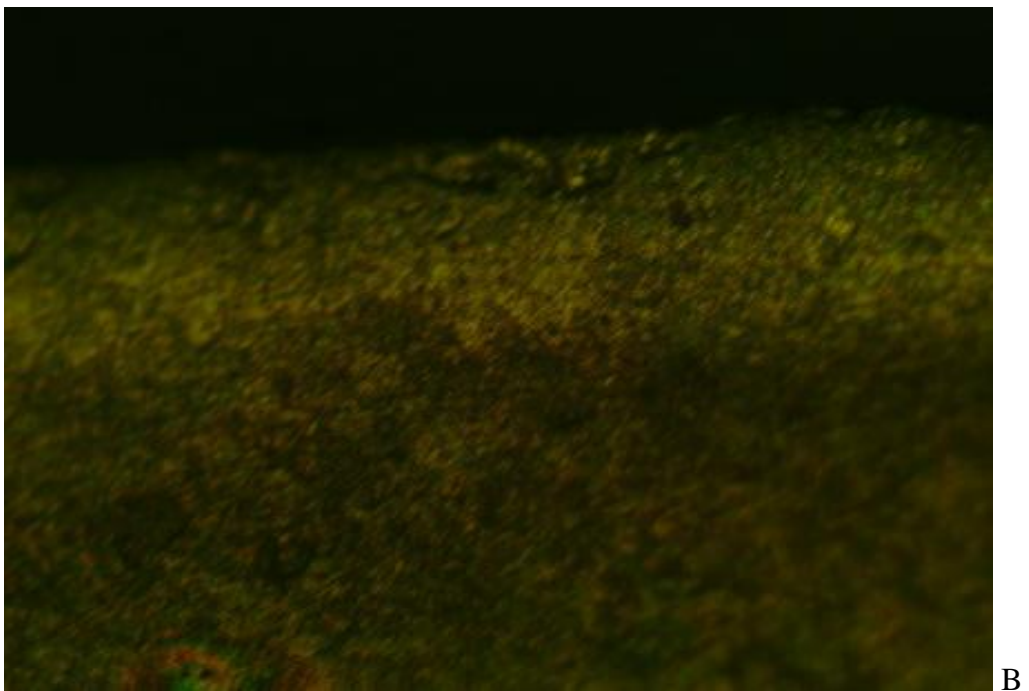


Fig.2: Micrographie de l'acier 42 CD 4 (B) nitruré pour 8 heures à 600°C.

La nitruration de quatre types d'aciers ont été effectués sous les mêmes paramètres et les mêmes conditions, l'épaisseur de la zone de nitruration qui est apparue clairement élevée pour les aciers fortement alliés par rapport aux premiers types d'acier dépend principalement de la nature de l'acier.

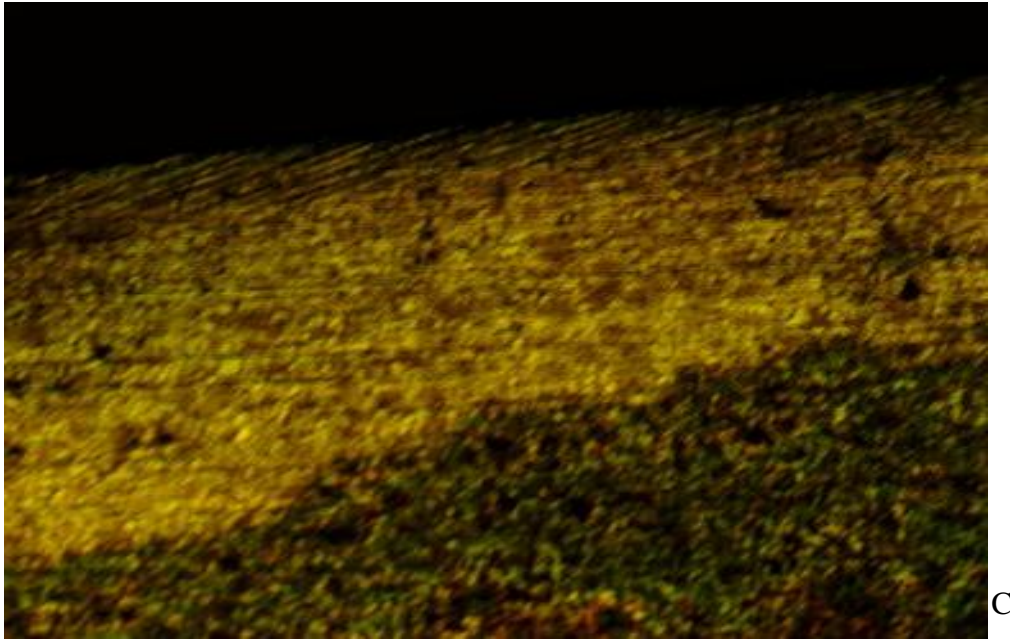


Fig.3: Micrographie de l'acier X37 CrMoV 5 (C) nitruré pour 8 heures à 600°C.

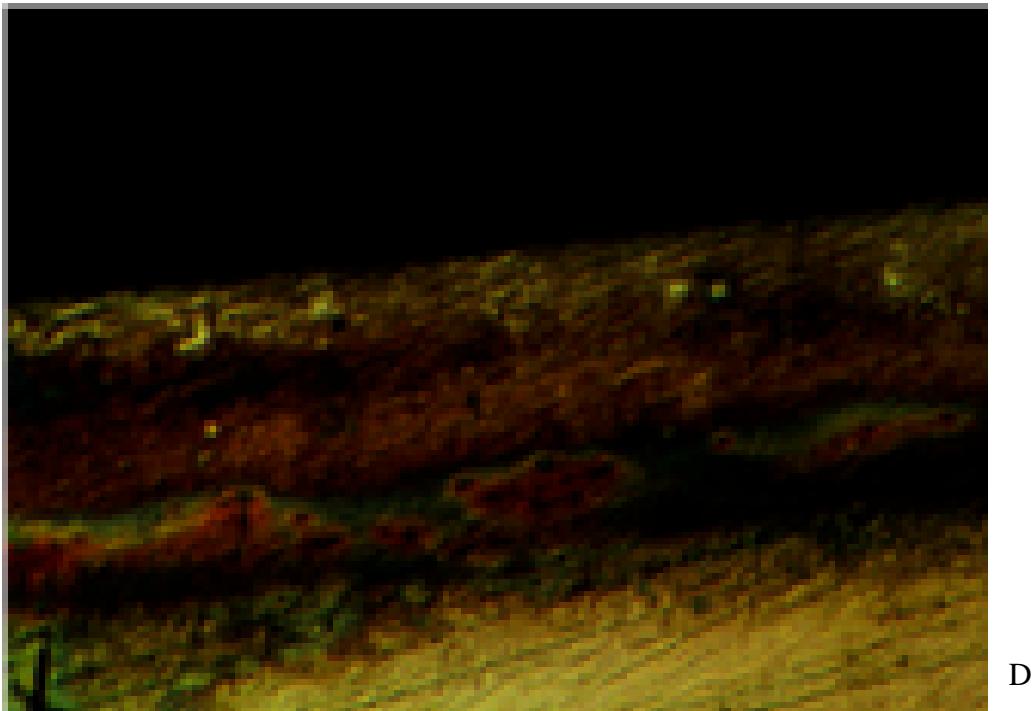


Fig.4: Micrographie de l'acier X40 CrMoV 5-1(D) nitruré pour 8 heures à 600°C

IV-2-2 Pour les aciers traités à 500°C

Les micrographies optiques (figure (IV-5) des sections perpendiculaires aux surfaces des acier faiblement et fortement alliés, nitrurés selon différentes conditions de traitement de température de 500°C et de temps de maintien de 8 heures, montrent l'apparition des zones situées à l'extrémités des pièces qui résultent de la diffusion de l'azote en formant une couche de combinaison qui ont une épaisseur n'est pas assez et couche de diffusion, et que le noyau de ces pièces reste inchangé. Ces micrographies, obtenues sous un grossissement de 20, montrent aussi que les profondeurs des zones formées près de surface sont d'autant plus élevées que le la nature de l'acier s'est changé. La profondeur mesurée pour ces échantillons subit une diminution par rapport aux échantillons traités par la nitruration à haute température.. Il peut également voir que le noyau d'échantillon demeure inchangé par la nitruration.

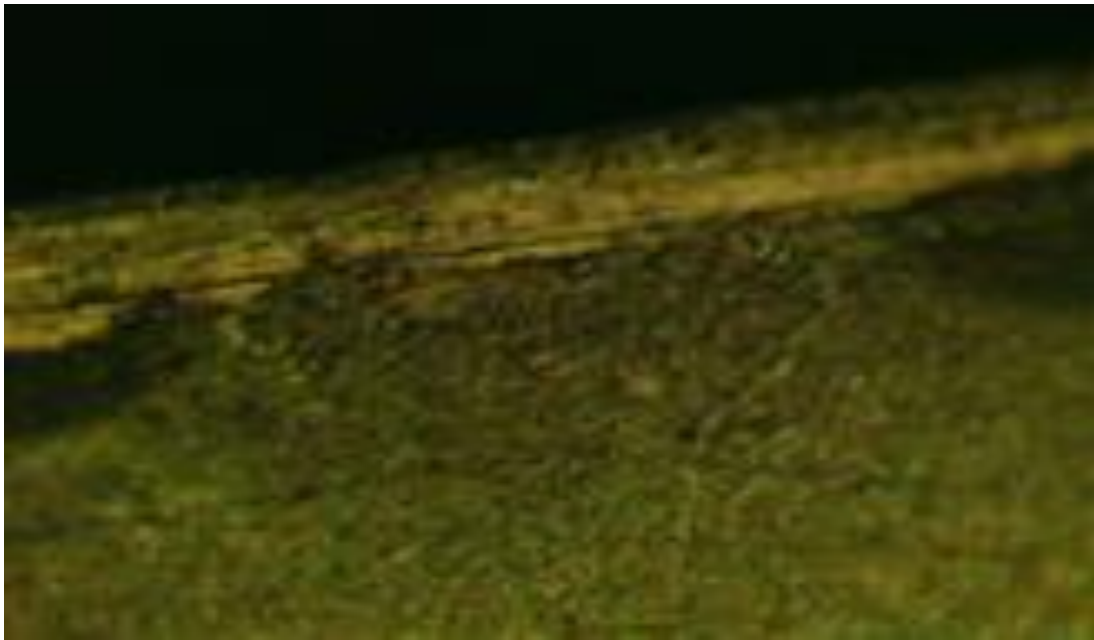


Fig.5: Micrographie de l'acier XC 42 (A) nitruré pour 8 heures à 500°C

IV-2-3 Pour les aciers traités à 400°C

L'enrichissement de l'azote modifie la composition initiale des couches superficielles des pièces d'aciers traités que se soit pour l'acier faiblement allié ou fortement allié.

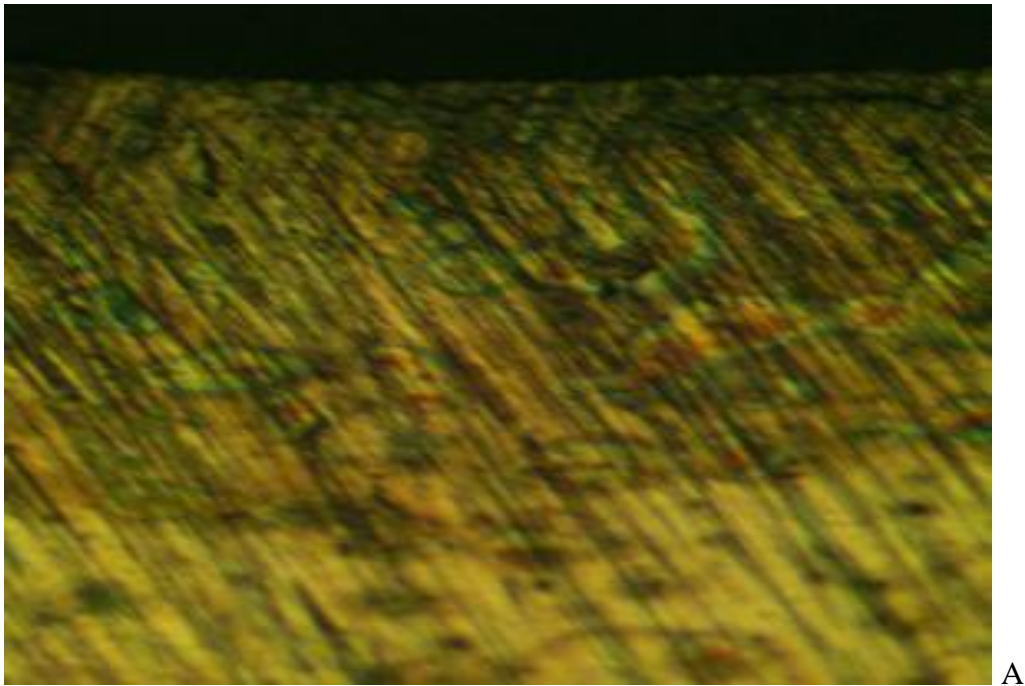


Fig.6: Micrographie de l'acier XC 42 (A) nituré pour 8 heures à 400°C

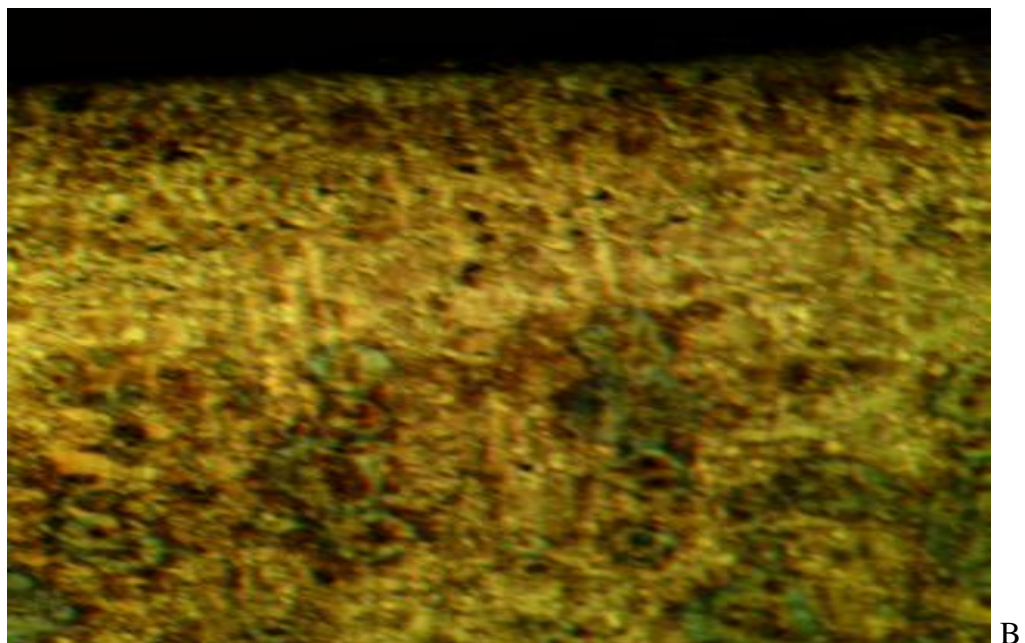


Fig.7: Micrographie de l'acier 42 CD4 (B) nituré pour 8 heures à 400°C

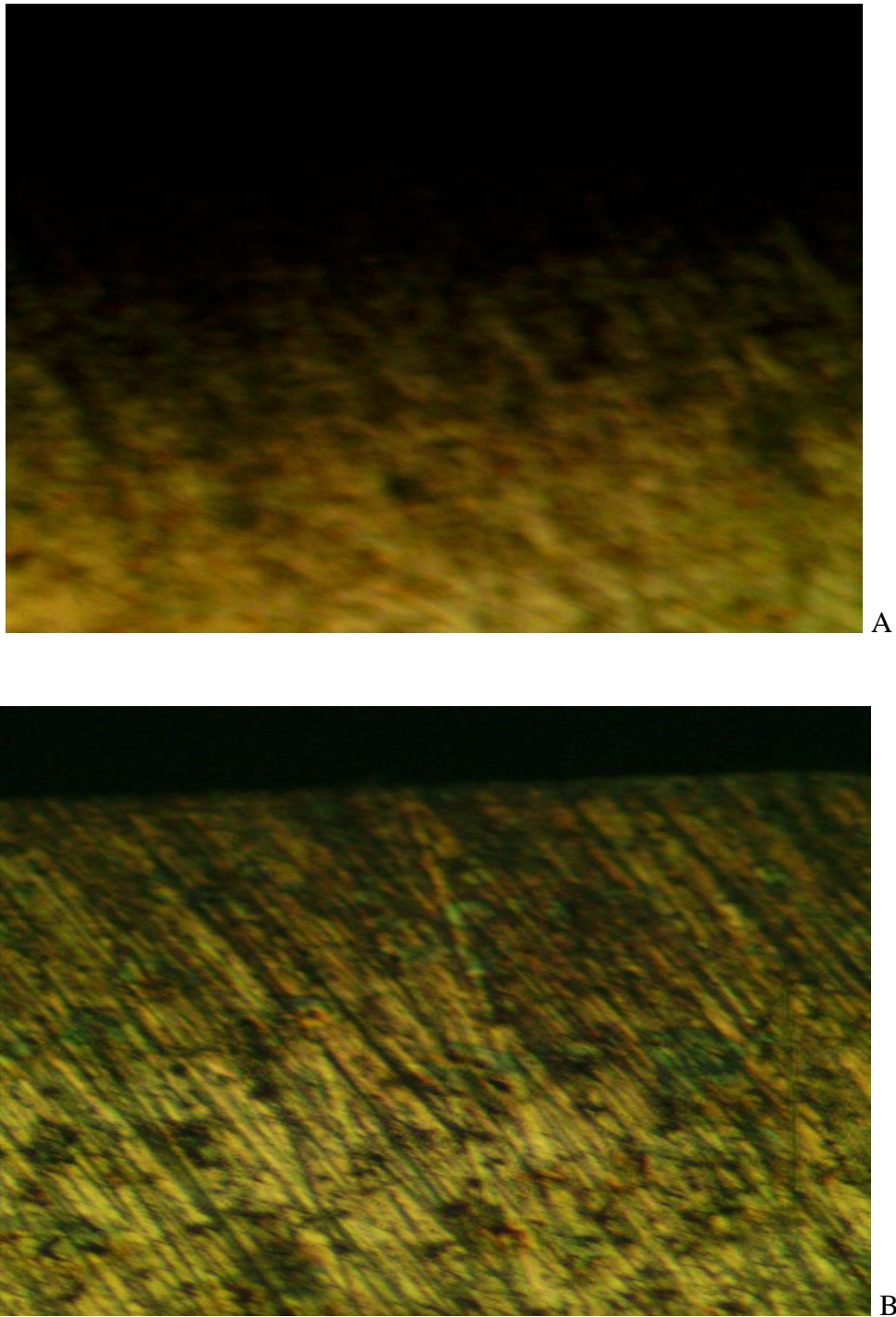


Fig.1: Micrographie de l'acier XC 42 (A) et 42 CD4 (B) nitruré pour 8 heures à 400°C

La modification a lieu sous une température élevée 600°C qui assure la formation tout d'abord la formation de l'azote par la décomposition du gaz ou de la source de l'azote. Ce phénomène peut résulter à la température un peu élevée pour ceci on a

observé clairement la couche de combinaison de la couche de nitrure de fer. Quand la température de traitement prend des valeurs moyennes c à d de 500°C, la diffusion de l'azote est subi un ralentissement par rapport au premier cas de température et la couche de combinaison prend une épaisseur moyenne et ceci est clairement figuré sur la figure 5et6. Pour les acier traité à base température de 400°C, la couche de de combinaison est absente, il est apparu seulement que la faible quantité de l'azote est introduit dans les aciers en formant des solutions interstitielles.

IV-3 Informations apportées par dureté

Après les premiers résultats des traitements de nitruration gazeux acquis sur la microstructure et les zones constituées la couche nitrurée, il était très intéressant d'examiner les caractéristiques mécaniques de cette couche. Dans ce cadre, des analyses systématiques ont été réalisées perpendiculaire sur les faces des acier avant et après le traitement de nitruration.

Table de dureté en HRC des aciers avant la nitruration

Dureté effectuée sur les différents types d'acier avant la nitruration			
A XC48	21	22	21
B 42CD4	35	35	35
	36	35	35
C X37CrMoV5-1	46	46	46
	47	47	47
D X40CrMoV5-1	35	38	37
	37	37	35

Il était très important de tester l'effet de la température de nitruration sur la dureté des couches nitrurées, la profondeur de cette couche, la capacité de durcissement et sur la profondeur de diffusion de l'azote dans les couches internes. L'épaisseur de la zone de combinaison est défini comme étant la profondeur à laquelle on obtient une degré de dureté de 480 HV .

Il est aussi très intéressant de garder l'effet des éléments d'alliage, en particulier le nickel et le manganèse ainsi que le chrome, sur la trempabilité qui correspond à l'aptitude à prendre la trempe ou à durcir en profondeur. Donc, plusieurs essais ont été effectués pour mettre au point les conditions de traitements thermiques de nitruration les mieux adaptés.

Table de dureté en HRC des aciers après la nitruration

T°C de Nitruration Type d'acier	400°C	500°C	600°C
A (XC48)	25	22	27
B (42CD4)	37	34	39
C (Z37CDV5)	48	49	43
D (Z40CDV5)	45	50	49

Le tableau 1 présente les valeurs de dureté Reckwell mesurés, pour différents types d'acier et le tableau 2 présente les valeurs de la dureté rockowell effectuée pour différents aciers traités pour différentes températures. Pour des températures de nitruration (400, 500 et 600°C pendant un temps de maintien fixé de 8 heures, des valeurs de dureté ont été prises. L'influence de la température de nitruration sur l'évolution de la dureté dans les couches nitrurées est montrée dans cette figure.

Conclusion general

Les traitements superficiels concernent une vaste famille de procédés dont l'objectif est d'augmenter les performances mécaniques des pièces traitées. Cette famille est caractérisée par des procédés traditionnels, comme la nitruration, qui fait actuellement l'objet de nombreux développements consécutifs aux exigences de plus en plus sévères des concepteurs. On sait que le durcissement superficiel d'un alliage fer-carbone directement relié à sa teneur en azote. La recherche d'une dureté maximale conduit à obtenir des teneurs superficielles suffisantes en azote .

la nitruration est un moyen de durcissement superficiel permettant d'assurer une forte mise en précontrainte de compression de la surface et une bonne résistance à l'usure grâce à l'obtention d'une couche à haute teneur en azote, Le Matériau à l'état avant traitement par nitruration, présente des caractéristiques de base généralement équilibrées pour lui conférer une bonne résistance mécanique (la dureté). Bien souvent on recourt aux traitements thermo-chimiques pour améliorer les caractéristiques mécaniques du matériau considéré.

References

- [1] S.Jégou. Influence des éléments d'alliage d'aciers nitrurés. Thèse, ENSAM Aix-en-Provence, (2009).
- [2] J.N. Locquet, Caractérisation métallurgiques et mécaniques de couches nitrurées, relation microstructure comportement - Thèse ENSAM Aix- en-Provence, (1998).
- [3] G. Fallot. Role du carbone lors de la nitruration d'acier de construction et influence sur les propriétés mécaniques - Thèse ENSAM Aix-en- Provence, (2015).
- [4] J. Barralis, L. Castex, J.-C. Chaize. Influence des conditions de traitement sur la distribution des phases et des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées - Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métal- lurgie, 43(6), 629-642, (1986).
- [5] L. Barrallier. Génèse des contraintes résiduelles de nitruration. Étude expérimentale et simulation - Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (1992).
- [6] S. Jegou, L. Barrallier, R. Kubler, M.AMJ Somers - Evolution of residual stress in the diffusion zone of a model Fe-Cr-C alloy during nitriding. HTM Journal of Heat Treatment and Materials : Vol. 66, No. 3, pp. 135- 142 (2010).
- [7] C. Ginter. Influence des éléments d'addition sur l'enrichissement d'azote et le durcissement d'aciers nitrurés - Thèse Université de Nancy, (2006).
- [8] E. Orowan. Discussion in the symposium on internal stresses in metals and alloys. - Volume 3, (1948).
- [9] P. Guyot. Hardening by ordered coherent precipitates related to the statistical theory - Phil. Mag., vol. 24, pages 987-993, (1971).
- [10] M.F. Ashby, R. Ebeling. On the Determination of the Number, Size, Spacing, and Volume Fraction of spherical Second-Phase Particles from Extraction Replicas - Trans. of the Metallurgical Society of AIME, vol. 236, pages 1396-1404, (1966).
- [11] D. Tabor, The Hardness of Metals - Oxford, Oxford University Press (1951).
- [12] L. Barrallier, J. Barralis. On origin of residual stress generated by nitriding treatment on alloy

- [13]: Les différentes phases de l'acier, Document internet. 2007.
- [14]: Diagramme Fe-C et ses constituants métallographiques, Document internet.2007.
- [15]: Les alliages- fiche technique, Document internet. 2007. <http://www.precimetal.be>
- [16] : Benjamin MARTIN, Résumé de cours « Matériaux », pp (11, 12).
- [17] : Le revenu, Document internet. 2008. <http://cf.geocities.com/mbara2/revenu.htm>
- [18] : Quelques traitements thermiques, Document internet. 2007.
- [19] : Harterei Gerster, traitements thermiques "la trempe superficielle", page (4).
- [20] : Dr. Gilles Olive, "Chimie des matériaux" 3^{ème} Edition (2005), P (47,48).
- [21] Thèse de magister Maza Samira 2009 Département de physique université de m'sila .
- [22] [http://fr.wikipedia.org/wiki/Phase_\(matière\)](http://fr.wikipedia.org/wiki/Phase_(matière)).
- [23] : La cémentation, Document internet. 2008.
- [24] : R. Fayolle, B. Courtois et R. Rottier, ateliers de traitement
- [25] : Traitement thermique. Document internet. 2007.
- [26] : Mohamed Réda Berrahmoune, "Transformation martensitique et rupture différée dans l'acier austénitique instable 301LN", Thèse de doctorat (2006). P
- [27] : Dominique Ottello, technologie des métaux et alliages particulièrement en aéronautique, Thèse de doctorat. P (66).
- [28] : Guy Murry, "Aciers pour traitements thermiques : propriétés et guide de choix".