

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la
recherche scientifique
Université de M'sila
Faculté de Technologie

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة المسيلة
كلية التكنولوجيا



Département de Génie Mécanique

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

En Génie Mécanique

Option : Génie des Matériaux

Présenté par :

BOUDJELLAL.T & HACHEROUF .A

Thème

**Amélioration Des Caractéristiques Mécaniques
D'un Aciers par des Différents Techniques**

DEVANT LE JURY:

Président :	Université M'sila
Examineurs :	Université M'sila
Encadreur:	Dr F .HAMRIT	Université M'sila

Remerciements

*Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu que nous a donné
La santé la volonté et le courage d'accomplir ce travail.*

*Nos vifs remerciements sont destinés à Mr HAMRIT
FAREH, Notre promoteur, pour son aide, ces critiques
constructives*

*Ses explications et suggestions pertinentes et pour la qualité
de ses Orientations tout au long de travail et pour avoir apporté
tant de soins à la réalisation de ce mémoire.*

*nous ne pouvons pas oublier e présenter notre gratitude à
nos parents pour les efforts inlassables qu'ils ne cessent de
déployer pour nous.*

SOMMAIRE

Remerciements

SOMMAIRE

Liste des figures

Liste de tableaux

Introduction Générale

CHAPTER I: Caractérisation des Aciers

I. Généralités sur les aciers	3
I.1. Introduction	3
I.2. Les aciers	3
I.2.1. Les différentes familles d'aciers	5
I.2.1.1. Aciers non alliés à usage général	5
I.2.1.2. Aciers spéciaux (type C)	5
I.2.1.3. Aciers patin ables	5
I.2.1.4. Aciers inoxydables	5
I.2.2. Aciers ordinaires sans traitement thermique	6
I.2.2.1. Aciers faiblement alliés	6
I.2.2.2. Aciers fortement alliés	6
I.3. Influence des éléments d'alliages	7
I.4. Désignation des aciers	8
I.5. Diagramme d'équilibre d'acier	9
I.6. Composition des aciers	10
I.7. Les différentes phases de l'acier	10
I.7.1. La ferrite (F)	10
I.7.2. Austénite.....	11
I.7.3. La cémentite (C).....	11
I.7.4. La perlite (P).....	11
I.7.5. Troostite (T)	12
I.7.6. Bainite (B).....	12
I.7.7. Sorbite (S).....	12
I.7.8. Martensite.....	12
I.7.9. Lédéburite I (LI)	13
I.7.10. Ledeburite II (LII)	13

Chapiter II: Les traitements thermiques

II. Les traitements thermiques	14
---	-----------

II.1. Generalists	14
II.1.2. Règle Générale	14
II.1.3. Chauffage.....	15
II.2. Les traitements thermiques classiques	15
II.2 .1. Les recuits	16
II.2.2.Trempe	18
II.2.3.Revenue.....	19
II.3. Traitements de surface	19
II.3.1.Trempe superficielle des aciers	20
II.3.2. Traitements thermochimiques	21
II.3.2.1.Traitements thermochimiques avec élément léger	22
II.3.2 .1.1. La cémentation	22
II.3.2 .1.2. Cémentation solide	23
II.3.2 .1 .3 . Cémentation liquide.....	23
II.3.2 .1.4. Cémentation gazeuse	23
II.3.2 .1.5. Cémentation ionique.....	24
II.3.2.2. Carbonituration (750- 880 °C)	25
II.3.2.3. La boruration	25
II.3.2.4. La nitruration	26
II.3.2.9. Siliciuration	29
II.3.3. Traitements thermochimiques avec deux éléments légers	30
II.3.3.1. La cyanuration	30
II.3.3.2.Traitements thermochimiques avec élément lourd	30
II.3.3.2.1. Métallisation par cémentation	30
CHAPITRE III : Les essais mécaniques pour Caractérisation des matériaux	
III.1 Introduction	32
III.2.LesEssaisdetraction	32
III.2.1.Introduction.....	32
III.2.2. principe de L'essai de traction.....	32
III.2.3 Les éprouvettes.....	32
III.2.4 courbe de traction conventionnelle	32
III.2.5 Mesure des contraintes	33
III.2.6 Courbe de traction rationnelle	35
III.3. Essai de résilience	36
III.3.1 Introduction.....	36
III.3.2. I Définition du principe de essai	36

III.3.3 Les éprouvettes pour la résilience.....	37
III.3.3.1 Eprouvette CHARPY U.....	37
III.3.3.2 Eprouvette CHARPY V.....	37
III.3.4 Températures pour les essai de résilience.....	38

CHAPTER IV : Partie expérimental

IV .1Introduction.....	39
IV.1 <u>1er article</u>.....	39
IV.1.1 Matériaux utilisé (Al ₂ O ₃).....	39
IV.1.2 condition travail.....	39
IV.1.3Moyens et appareils utilisé	40
IV.1.4 projecteur de profil	40
IV.1.5 Duromètre.....	41
IV.1.6 Observations métallographiques	41
IV.1.7. Préparation des échantillons	42
IV.1.8. résultats.....	42
IV1.9. Etude de l'acier a revêtement alumine ou céramique composite.....	43
IV.2.. <u>2eme Article</u>.....	44
IV.2.1. introduction.....	44
IV2.2. Les Matériaux de base.....	44
IV.2.3. Les poudres a projetés	44
IV.2.4 Les substrat.....	45
IV.2.5. la projection plasma.....	45
IV.2.6.paramètres de projection.....	45
IV.2.7 Résultats	47
IV .3...<u>3eme Article</u>.....	48
IV .3.1 Protocoles expérimentaux	50
IV .3.2 Descriptif des échantillons	50
IV .3.3 Protocole d'analyse	51
IV .3.4 Caractérisation de la rigidité diélectrique.....	51
IV .3.5 Sollicitations thermiques par tests de vieillissement	51
IV .3.6 Sollicitations thermiques par tests de chocs thermiques	51
IV .3.7 Résultats et discussion	52
IV .3.8. Résultats et discussion Vieillissement.....	52
IV .3.9.Chocs thermiques à la flamme oxyacétylénique	53
IV .3.10.Conclusion	53
IV .4.... <u>4emeArticle</u>	54
IV .4.1.INTRODUCTION.....	54

IV .4.2. Matériaux et technique expérimentales	54
IV .4.3. Essai de fatigue thermique.....	55
IV .4.4. Essai de fatigue thermique.....	56
IV .4.5. Essai d'érosion	57
IV .4.6.Caractérisation des revêtements	57
IV .4.7. Résultat Et Discussion	58
IV .4.8.Microstructure des revêtements.....	60
IV .4.9.Dureté du revêtement	63
IV .4.10.Comportement tribologiques	64
IV .4.11.Résultats des tests d'érosion	67
IV .4.12.Comportement à la Fatigue thermique	72
IV .4.13. revêtement utilisant (APS)	76
Conclusion générale	77

Références bibliographiques

Liste des figures

CHAPITRE I :

Figure. I.1: Filières d'élaboration d'acier 3

Figure.I.2 : Diagramme d'équilibre d'acier 10

CHAPITRE II :

Figure. II.1 : cycle des traitements thermiques 14

Figure. II.2 : les étapes de chauffage pour les aciers 15

Figure. II.3: cycle thermique du Recuit complet 16

Figure. II.4: structure d'un acier AISI H11 à l'état recuit 17

Figure. II.5: cycle thermique de la trempe et revenu 18

Figure. II.6: trempe superficielle par induction 21

Figure. II.7: chauffage par flamme 21

Figure. II.8 : four des traitements thermochimiques 22

Figure. II.9: procédé de cémentation 22

Figure. II.10: Austénite résiduelle dans une couche cémentée et durcie par trempe 24

Figure. II.11: Micrographie d'une couche cémentée par plasma pendant 2 h d'un acier 24

Figure. II.12: Couche de boruration sur l'engrenage 26

Figure. II.13 Couche nitruration 27

Figure. II.14 Le diagramme fer -Azote 27

Figure. II.14 : couche de chromisation 31

CHAPITRE III :

Figure III.1: courbe de traction conventionnelle 33

Figure III.2. La courbe de traction rationnelle 35

Figure III.3 : Epreuve CHARPY U 37

Figure II.4: Epreuve de CHARPY V 37

CHAPITRE IV

Figure IV.1: Schémas des échantillons utilisés	39
Figure IV.2 : Schéma d'échantillon utilisé	40
Figure IV.3 : duromètre ZHU 2.5.....	41
Figure IV.4: Binoculaire	42
Figure IV.5: microscopes métallographique Axiovert40MAT.....	42
Figure IV.6: photo par Optique de la poudre de projection $Al_2 O_3$	48
Figure IV.7 : photo par microscope optique micrographique d'un revêtement d' Al_2O_3	49
Figure IV.8 : Schéma du procédé	4
Figure IV.9 : Paramètres de projection plasma des revêtements.....	56
Figure IV.10 : Vue générale du banc d'essai de fatigue thermique.....	56
Figure IV/11: Vue simplifiée du dispositif d'érosion.....	57
Figure IV.12 : Vue générale du banc d'essai de fatigue thermique. Spectres de diffraction X de la poudre et des différents revêtements. (a) NA, (b)NA5T (c) NA5W, (d) NA5S	59
Figure IV.13 : Microstructures des revêtements. (a)NA, (b) NA5T, (c)NA5W, (d) NA5S, (e) NA5M, (f) NA5T avec une couche de nickel	61
Figure IV.14 : Images typique du revêtement. (a) avant analyse par image J . (b) avec analyse par imageJ	61
Figure IV.15 : Distribution de la surface des pores en fonction de leur pourcentage. (a) revêtement NA, (b) revêtement NA5T, (c) revêtement NA5W, (d) revêtement NA5S	63
Figure IV.16 : Histogrammes comparatifs illustrant la microdureté et la porosité des revêtements	63
Figure IV.17 : Evolution du coefficient de frottement des revêtements en fonction de la distance de glissement.....	65
Figure IV.18 : Etat de surface des revêtements après essais de frottements: (a), (b) : NA; (c) : NA5M;(d) : NA5W ;(e) : NA5T ;(f) : NA5S.....	67
Figure IV.19 : Évolution de la perte de masse des revêtements en fonction de la masse de sable projeté	68
Figure IV.20 : Histogrammes comparatifs du taux d'érosion des revêtements.....	69

Figure IV.21 : Photographies des revêtements érodés. (a) NA, (b) NA5T, (c) NA5W, (d) NA5S, (e) NA5M.....	70
Figure IV.22 : Morphologie de la surface du revêtement NA5T après érosion . (a) bord de la surface.....	72
Figure IV.23 : Histogramme comparatif montrant le comportement en fatigue thermique <i>des</i> revêtements réalisés sur les aciers inox (316L), Z60CDV7 et le 55NCDV7	73
Figure IV.24: Vue générale des revêtements après l'essai de fatigue thermique.a : Revêtement NA5 sur différents substrats b: Revêtements étudiés réalisé sur substrat Z60CDV7.....	74
Figure IV.25 : Spectre de diffraction X des revêtements étudiés après fatigue thermique. (a) NA, (b)NA5T, (c)NA5W, (d)NA5S, (e)NA5M.....	75

Liste de tableaux

Chapitre I :

Tableau.I.1 : pourcentage des éléments.....	05
Tableau I .2 : éléments d'additions et leurs effets sur l'acier	07
Tableau. I.3: pourcentage des éléments d'additions.....	08

- Chapitre IV:

Tableau. IV .1 : dureté des échantillons	43
Tableau .IV .2: résultats expérimentaux.....	44
Tableau. IV.3: analyse du substrat par la fluorescence des rayons X	45
Tableau. IV.4: paramètres de projection de $Al_2 O_3$	46
Tableau .IV.5: Les différents dépôts $Al_2 O_3$	47
Tableau .IV. 6 : Tension moyenne de claquage de dépôts d'alumine brut de projection et imprégnés par une solution au phosphate d'alumini.....	52
Tableau. IV .7. Compositions en poids des revêtements.....	55
Tableau. IV. 8. Paramètres de projection plasma des revêtements	55
Tableau. IV. 9. Teneur en oxydes des différents revêtements.....	62
Tableau. IV. 10. Rugosité Ra avant et après le test d'érosion	71

I. Introduction Générale

Aujourd'hui l'acier a pris une place prépondérante dans notre vie. En effet, Grace à son bas cout de fabrication, ses bonnes propriétés mécaniques et thermiques, Ce matériau se trouve sous différentes formes et tailles, pour des applications nombreuses et variées :

bâtiments, industrie automobile, appareils électriques ... Cependant, l'acier est sujet au problème de corrosion. Cette dernière est un processus électrochimique , pendant lequel l'oxydation présent sous forme de vapeur ou de gouttes d'eau va consommer le fer par l'oxydation.

Donc, la technique de projection thermique est une méthode de recouvrement de surface permettant d'obtenir des dépôts en mettant en œuvre un large spectre de procédés (projection à la flamme, à la torche au plasma de soufflé à l'arc, etc.) et de matériaux (métalliques, alliages céramiques, polymères et matériaux composites, etc.). Il permet de réaliser des revêtements de plusieurs micromètres à quelques millimètres. Ce procédé consiste à chauffer et à fondre la matière à déposer, présentée sous forme de poudre à canon ou de fil, grâce à une source à haute énergie (électrique ou à combustion). Le transfert de particules fondues ou semi - fondues se fait à l 'aide d' un gaz, le plus souvent chaud. La poudre à canon fondue et accélérée vient s'effondrer puis se solidifier à la surface du substrat pour former un dépôt.

Dans le premier chapitre un descriptif sur la connaissance de la structure et du comportement des aciers au cours de leur utilisation reste impérative.

Et dans le deuxième chapitre réserve pour les traitements thermiques agissent au niveau microstructural des métaux tel que une définition, les recuits, la trempe et les revenus.

Et pour le troisième chapitre consacre a les essais mécaniques qui sont des expériences dont le but est de caractériser les lois de comportement des

Dans le quatrième. Nous avons fait une étude comparative sur certaines des recherches qu'il a effectuées, Nous avons fait une étude comparative sur certaines des recherches qu'il a effectuées, C'est parce que nous ne pouvons pas faire le partie expérimentale, Compte tenu des conditions de santé que traverse notre pays.

CHAPTER I

Caractérisation des Aciers

I. Généralités sur les aciers

I.1. Introduction :

Depuis longtemps, l'acier joue un rôle très important dans la vie quotidienne des hommes. Il est utilisé dans plusieurs domaines. Il est à l'origine de toutes les révolutions scientifiques et industrielles. Donc la connaissance de la structure et du comportement des aciers au cours de leur utilisation reste impérative. Les matières premières de fer, le fer s'y trouve essentiellement combiné sous forme d'oxyde ferrique Fe_2O_3 ou oxyde magnétique Fe_3O_4 (magnétite). Le fer en sera donc extrait par réduction les matières premières de la charge doivent :

- Répondre à des contraintes chimiques :
- Analyse précise des lits de fusion.

Présente une granulométrie compatible un bon écoulement dans la cuve du haut fourneau.

- Présenté des caractéristique physico-chimiques bien déterminées : réductibilité, résistance aux chocs thermiques, résistance à l'écrasement.

I.2. Les aciers :

Les aciers sont essentiellement alliages de fer et de carbone, qui contiennent en certains autres éléments introduit en faibles quantités au moment de leur élaboration (dans les aciers alliés, on introduit par exemple des éléments d'alliage dans le but de modifier les propriétés de l'acier).

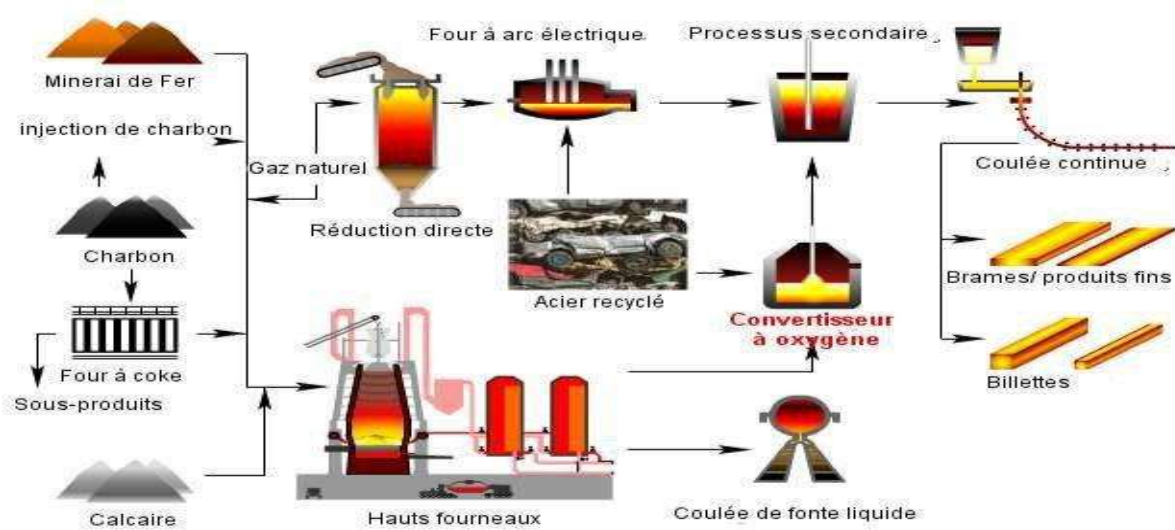


Figure. I.1: Filières d'élaboration d'acier.

Dans tous les cas, le teneur en carbone des aciers est inférieur à 1,5 %. En fonction du nombre d'éléments d'alliage ajoutés fer et de leur teneur, les aciers présentent un très grand nombre de nuances différentes. On peut classer les divers types d'alliage à base de fer selon leur composition chimique ou selon leur domaine d'utilisation, la production de l'acier met en œuvre plusieurs filières selon les matières premières utilisées et le procédé employé . [2]

Ce pendant quel que soit le cas on met toujours en évidence trois opérations fondamentales :

-Elaboration: Série de processus métallurgiques dont le dernier au moins a lieu en phase liquide et qui est destinées à aboutir à une nuance d'acier désirée.

-Coulée: passage de l'état liquide à l'état solide.

-Mise en forme : mis à part le cas particulier du moulage , elle est obtenue par laminage qui est une déformation plastique à chaud ou à froid conduisant à des produits plats (tôles) ou longs (profilés, barres, etc..).

C'est cette dernière classification que nous adoptons ici et qui nous permet de considérer les quatre familles suivantes :

- Les aciers au carbone d'usage général.
- Les aciers de traitements thermiques, alliés ou non.
- Les aciers inoxydables.
- Les aciers à outils.[2]

I.2.1. Les différentes familles d'aciers

Il existe des aciers faiblement alliés, à faible teneur en carbone, et au contraire des aciers contenant beaucoup d'éléments d'alliage (par exemple, un acier inoxydable typique contient 10 % de nickel et 18 % de chrome en Masse). [3]

I.2.1.1. Aciers non alliés à usage général (types S, E, ...) :

Ils ont une faible teneur en carbone et sont les plus utilisés, leurs qualités pouvant varier. Leurs applications vont de la construction soudée à l'ameublement en passant par l'électroménager.

I.2.1.2. Aciers spéciaux (type C) :

Leur composition est plus précise et plus pure et correspond à des usages définis à l'avance. Leurs applications courantes sont : forets, ressorts, arbres, matrices.

I.2.1.3. Aciers patin ables

Les aciers à résistance améliorée à la corrosion sont des aciers faiblement alliés appelés également aciers patin ables ou aciers auto protecteurs, cardans certaines conditions d'exposition, ils ont la faculté de se couvrir d'une Couche protectrice appelée « patine ». Ils sont connus sous différents noms de marque comme CORTEN, INDATEN, DIWETEN. Ces aciers font également l'objet de la norme NF EN 10025-5 de mars 2005.

I.2.1.4. Aciers inoxydables :

L'acier inoxydable est une des trois grandes familles d'aciers qui présente Une grande résistance à la corrosion, à l'oxydation à chaud et au fluage (Déformation irréversible). C'est un acier fortement allié. Ses applications Sont multiples: chimie, nucléaire, mais aussi couteaux et équipements ménager. Ces aciers contiennent au moins 12% de chrome

I.2.2. Aciers ordinaires sans traitement thermique :

Les aciers ordinaires correspondent à des produits de grande consommation. Ils sont obtenus dans les convertisseurs, fours martin. Ce sont des aciers qui n'ont pas fait l'objet d'une addition volontaire d'éléments d'alliage et qui ne doivent pas dépasser les valeurs limites comme le montre le tableau ci-dessous.[3]

éléments	P+S	Si+Mn	Ni	Cr	Mo	V	W	Co	Al	Ti	Cu	Pb
%	0,20	2	0,5	0,25	0,10	0,05	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,10

Tableau .I.1 : pourcentage des éléments.

I.2.2.1. Aciers faiblement alliés :

Ce sont des aciers dont la teneur en n'importe quel élément d'addition ne doit pas dépasser 5 %, ils sont désignés par :- Un nombre indiquant la teneur moyenne en carbone exprimé en centième pour cent (multiplié par 100).- Suivi de symboles normalisés des éléments alliés dans l'ordre des teneurs décroissantes, c'est à dire, le premier élément indique toujours l'élément dont la teneur est la plus élevée.- Les symboles sont suivis par des nombres indiquant la teneur moyenne des éléments d'additions multiplié par 4 pour les éléments C, K, M, N, S et par 10 pour tous les autres éléments.

I.2.2.2. Aciers fortement alliés :

Ce sont des aciers caractérisés par la présence d'un ou de plusieurs éléments d'addition et au moins un de ces éléments a une teneur supérieure à 5 %. Dans cette catégorie, on trouve les aciers inoxydables, les aciers rapides pour la confection d'outils, les aciers à résistance thermique etc. Leur désignation normalisée est toujours précédée par la lettre Z suivie :

- D'un nombre indiquant la teneur moyenne en carbone au centième pourcent.
- Des symboles normalisés des éléments d'addition rangés dans l'ordre de teneur décroissante.
- Des chiffres indiquant la teneur moyenne en pourcent des éléments d'addition. Dans le cas des aciers fortement alliés, les chiffres indiquent directement la teneur en % des éléments d'addition, donc il n'est pas nécessaire de diviser par les coefficients 4 ou 10 comme dans le cas des aciers faiblement alliés. [3]

I.3. Influence des éléments d'alliages :

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 gamma-gènes 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.

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 de carbures se retrouvent en solution dans le ferrite. [4]

Les éléments les plus fréquemment incorporés sont outre le sélénium et le manganèse, le nickel et le chrome ; le molybdène, le tungstène ... Selon le pourcentage de l'élément confère à l'acier des propriétés spécifiques .

Tableau I.2 : éléments d'additions et leurs effets sur l'acier.

elements	Effet sur l'acier
Carbone	Augmente la dureté, la résistance à la traction et à la corrosion, diminue la ductilité et la malléabilité.
Silicium	Présent dans tous l'acier, a faible pourcentage (de 0,2 à 0,5 %) : rôle de désoxydant. Allié et à plus forte teneur : améliore la limite élastique et accroît la résistance à l'oxydation.
Manganèse	Augmente la trempabilité des aciers alliés et permet d'obtenir des aciers à structure austénitique stable, il participe à la formation de carbures et se trouve dans la cémentite, ou il remplace une partie du fer.
Nickel	Augmente la ductilité, surtout à la très basse température.
Chrome	Agit sur les points de transformation de l'acier et ralentit ainsi la vitesse de transformation de l'austénite au cours du refroidissement (= augmentation de la trempabilité).
Molybdène	Augmente la trempabilité des aciers alliés.
Bore	Ajouté à l'acier en quantité extrêmement faible, accroît la trempabilité et, dans des aciers très spéciaux, améliore la résistance mécanique et la ductilité aux températures élevées.
Azote	Abaisse le point de transformation AC_3 , il diminue la ductilité et la ténacité.
Tungstène et Vanadium	Forts caractères alpha gène et carbogène, fréquemment utilisés pour obtenir des aciers durs et résistants.
cobalt	Utilisé dans des aciers très spéciaux dont, il modifie certains processus structuraux.
Phosphore et Cuivre	En faibles proportions, améliore la résistance de l'acier à l'oxydation par l'air.

I.4. Désignation des aciers :

Selon l'usage auquel on les destine, on peut classer les aciers soit en fonction leurs de propriétés mécaniques ($R_{e0,2}$, R_m , A , KCV), soit en fonction de leur

composition chimique.

Dans chacun des cas, des organismes nationaux établissent une normalisation qui peut varier d'un pays à l'autre . Les aciers sont classés en deux groupes : -Aciers non alliés (aciers ordinaires et aciers spéciaux,).

- Aciers alliés (faiblement et fortement alliés).

Le tableau ci-dessous donne un aperçu sur le pourcentage des éléments d'alliages dans les aciers alliés et non alliés. [4]

Tableau. I.3: pourcentage des éléments d'additions.

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

A titre d'exemples, citons les organismes de normalisation suivants :

ACNOR : Association canadienne de normalisation (Canada).

SAE : Society of Automobile Engineers (Etats - Unis).

AISI : American Iron. And Steele Institute (Etats-Unis).

DIN : Deutsche institut fur normaliseront (Allemagne).

AFNOR : Association française de normalisation (France).

I.5. Diagramme d'équilibre d'acier :

Le diagramme d'équilibre Fer-carbone est très utile pour comprendre les aciers, les fontes et les traitements thermiques. Il est limité à droite par la cémentite Fe₃C (6.67%C) est fait apparaître les deux grandes familles de métaux ferreux : les aciers (entre 0.008 % C et 2% C) et les fontes (de 2% C à 6.67% C) .

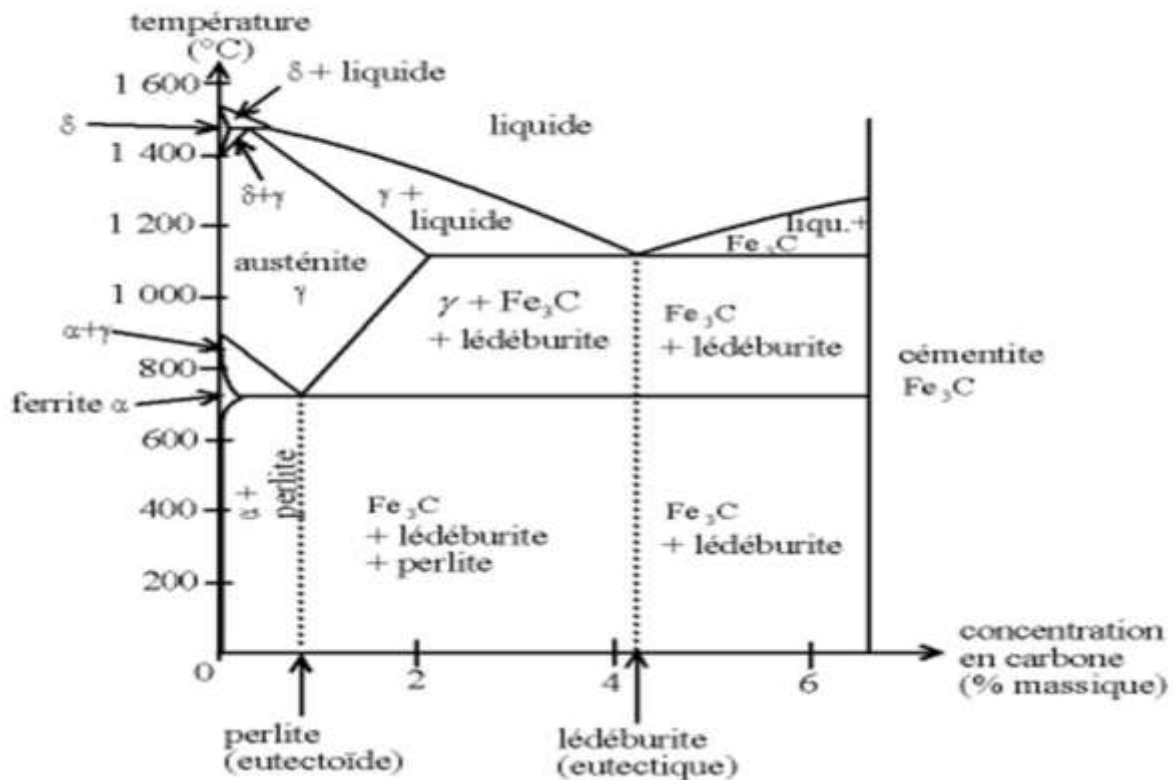


Figure I.2 : Diagramme d'équilibre d'acier.

I.6. Composition des aciers :

On distingue plusieurs types d'aciers selon le pourcentage de carbone qu'il contiennent : Les aciers eutectoïdes (0,77% de carbone) aciers hyper eutectoïdes (de 0,77 à 2,11 % carbone) qui sont les plus durs.

I.7. Les différentes phases de l'acier :

I.7.1. La ferrite (F) :

C'est une solution solide de carbone dans le fer α c'est à dire la ferrite est constituée par du fer renfermant des traces de Carbone (faible teneur en carbone $< 0,02\%$) ainsi

On distingue la ferrite α à basse température et à solubilité du carbone allant jusqu'à 0,02% et la ferrite δ à haute température à solubilité limite en carbone allant jusqu'à 0,1%. La ferrite est peu tendue et très ductile ($HV = 90$, $R_m = 300\text{N/mm}^2$, $K = 300\text{j/cm}^2$). Elle est magnétique à la température ordinaire, au microscope la ferrite a l'aspect de grains homogène polyédrique. Elle possède un réseau cubique centré et elle est ferromagnétique jusqu'à 760°C

I.7.2. Austénite :

Du nom de William Chandler Roberts-Austen (1843-1902), l'austénite (fer γ) est une phase du fer, stable entre 910°C et 1394°C. Elle a une structure cristallographique cubique à faces centrées, notation Strukturbericht A1. Cette structure permet une grande solubilité du carbone (jusque 2,1% massique à 1147°C). L'austénite est amagnétique. Certains éléments d'alliage (manganèse, nickel, azote par exemple) augmentent la plage de stabilité de l'austénite ; ils sont dits « gamma gènes ». Avec un dosage suffisant, ils permettent, grâce à une trempe, d'obtenir de l'austénite à température ambiante à l'état métastable. C'est le cas des aciers dits austénitiques. La grande majorité des aciers inoxydables est austénitique, car ils combinent de bonnes résistances à la corrosion avec des propriétés mécaniques plus élevées que l'acier Ferritique. D'autres éléments (silicium, molybdène ou chrome par exemple) tendent à déstabiliser l'austénite. On appelle ces éléments « alpha gènes ».

I.7.3. La cémentite (C) :

La cémentite ou carbone de fer (Fe_3C) est une combinaison chimique de fer et de carbone dont la teneur en carbone peut atteindre 6,67%. Elle est magnétique jusqu'à 210°C et très dure (HB = 700) mais fragile. La microstructure de la cémentite peut se présenter dans les aciers sous les formes suivantes :

- Lamellaire dans la perlite lamellaire.
- Grains dans les aciers ayant subi un traitement thermique de recuit.
- Et de précipités inter granulaires dans les aciers ayant un % C > 0,8. Au point de vue du diagramme Fe- Fe_3C et lors du refroidissement, la cémentite peut exister en trois différentes formes de liaison mais avec la même composition chimique.

I.7.4. La perlite (P) :

C'est un formé d'un mélange de grains de cémentite sphéroïdaux noyés dans la ferrite globulaire en couches alternées (88% de ferrite + 12% de cémentite) elle est obtenue lors du refroidissement et par décomposition de l'austénite à 0,8% de carbone. Elle présente dans l'acier ordinaire toujours une teneur en carbone de 0,85%. La perlite est dure (HV= 200) et assez ductile $R_m = 800 \text{ N/mm}^2$, $A = 1040$.

I.7.5. Troostite (T) :

C'est une perlite extrêmement fine obtenue pour des vitesses de refroidissement assez importantes. Les nodules de troostite qui se développent à partir des joints de grains sont constitués par des lamelles ferrite-cémentite non séparables en microscopie optique. Cette microstructure est caractérisée d'une trempe douce. Les caractéristiques mécaniques de la troostite sont assez importantes ($HV \approx 450$).

I.7.6. Bainite (B) :

Ce constituant qui présente une morphologie aciculaire est obtenu après des vitesses de refroidissement élevées. On distingue des bainites supérieures qui peuvent être considérées comme étant des plaquettes de ferrite contenant des carbures orientés parallèlement à l'axe de la plaquette, et des bainites inférieures qui s'assimilent à des plaquettes de ferrite contenant une fine précipitation de carbures dispersés dans la plaquette de ferrite. Ces carbures ne sont discernables qu'en microscopie électronique.

Les caractéristiques mécaniques associées à une texture bainitique approchent celles d'une structure martensitique.

I.7.7 S'orbite. (S) :

Ce constituant n'est plus un produit de décomposition directe de l'austénite puisqu'il correspond, en fait, à un stade de décomposition la martensite (pour des températures supérieures à environ 400°C). C'est un mélange complexe de carbure finement réparti dans une matrice ferritique distordue. Elle conduit à des propriétés mécaniques intéressantes par exemple la dureté reste encore élevée $HV \approx (300 \text{ à } 400)$ pour une bonne résilience.

I.7.8. Martensite :

En ce qui concerne les aciers, la martensite ($\text{Fe}\alpha$) est une phase métastable issue de la transformation sans diffusion de l'austénite en dessous d'une température martensitique. C'est une solution solide d'insertion sursaturée en carbone dans le fer α , de même composition que l'austénite initiale. La transformation austénite - martensite consiste en un changement du réseau cristallin (avec un faible déplacement des atomes de fer), mais elle n'affecte pas le carbone: on appelle ce type de transformation «displacive». La martensite cristallise dans le système quadratique (prisme droit à base carrée qui est ici très voisin d'un cube). La martensite est ferromagnétique.

Elle possède une grande dureté ($HV > 800$) et une fragilité notable. Elle a une structure en aiguilles (plaques) ou en lattes, visibles avec un grossissement suffisant, après attaque par les réactifs classiques. Ces aiguilles correspondent à des plaquettes internes dont le plan habituel est voisin de (225), orientées à l'intérieur de chaque grain initial d'austénite suivant trois directions parallèles aux côtés d'un triangle équilatéral. Le durcissement de la martensite est d'ordre physico-chimique ; chaque atome de carbone, plus volumineux que l'interstice où il est inséré, écarte les deux atomes de fer voisins, le réseau du fer est ainsi fortement distordu, et ces perturbations en bloquant le mouvement des dislocations durcissent l'acier.

I.7.9. Ledeburite I (LI) :

C'est un mélange eutectique entre l'austénite et la cémentite et provenant lors du refroidissement du métal liquide avec 4,3% de carbone à la température eutectique. Le ledeburite I contient 51,4% d'austénite et 48,6% de cémentite et peut contenir de 2,06 à 6,67% de carbone. Son domaine de stabilité est 723°C à 1147°C .

I.7.10. Ledeburite II (LII) :

Le ledeburite (II) provient durant le refroidissement du ledeburite (I) par décomposition eutectoidale du composant contenant 51,4% d'austénite en perlite à la température 723°C .

Le ledeburite II contient 51,4% de perlite et 48,6% de cémentite. Durant la solidification des alliages de fer et de carbone il y a lieu trois types de transformations iso thermiques, il s'agit des réactions péristaltiques, eutectiques et eutectoides.

CHAPTER II

Les traitements thermiques

II. Les traitements thermiques

: II.1. Généralistes :

Les traitements thermiques se définissent comme étant « l'ensemble des opérations de chauffage et de refroidissement contrôlé » appliqués à des métaux et alliages. De manière générale, les traitements thermiques agissent au niveau microstructural des métaux (matrice, précipités, distribution). [5]

Ils permettent de modifier les propriétés mécaniques (en les augmentant ou en les diminuant), les propriétés physiques (par exemple, les conductibilités thermiques et électriques) et les propriétés chimiques (par exemple, la résistance en corrosion). En somme, La variation de la température en fonction du temps est appelée cycle thermique (chauffage, maintien et refroidissement).[5]

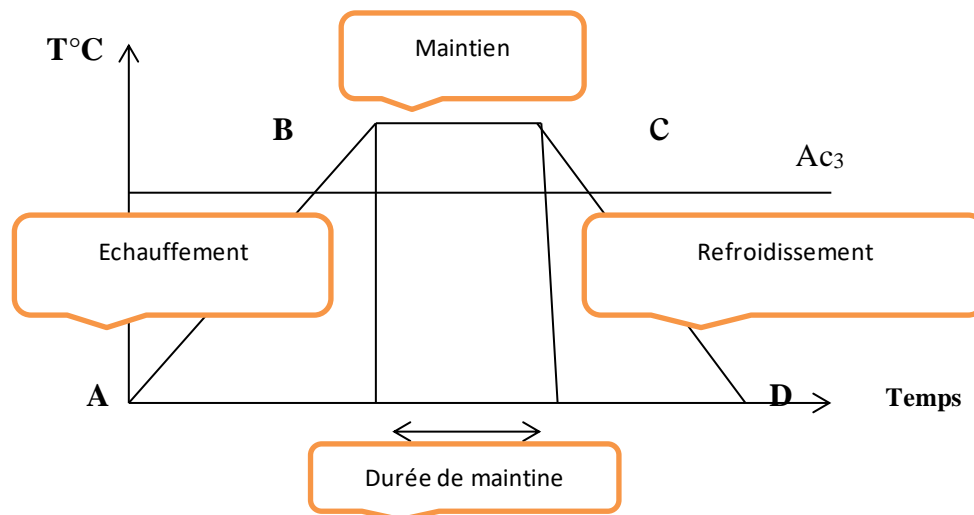


Figure. II.1 : cycle des traitements thermiques.

II.1.1. Définition:

Ensemble d'opérations de chauffages et de refroidissements, destinées à modifier les propriétés et les caractéristiques d'un produit métallurgique de manière à adapter son aptitude à un emploi déterminé. Les aciers, les fontes et certains alliages d'aluminium et de cuivre sont sensibles à leurs effets. [6]

II.1.2. Règle Générale :

Faire coexister dans une pièce destinée à un usage défini les valeurs maxima admissibles des caractéristiques (généralement mécaniques) qui varient en sens inverse, à savoir : (Résistance à la rupture R_m — Résistance élastique R_e — Dureté H), avec (Allongement A% — Résilience).

Remarque :

Dans les cas difficiles le choix d'aciers spéciaux permet de secondé l'effet du traitement thermique malgré qu'il soit préférable d'utiliser un acier ordinaire convenablement traité à la place d'un acier spécial ayant subi un mauvais traitement. Les opérations de traitements thermiques comportent un cycle composé d'un chauffage, d'un maintien à température, d'un refroidissement. Elles sont destinées à produire des constituants de trempe, de revenu, de recuit.

II.1.3. Chauffage :

La montée en température doit être suffisamment lente pour éviter les tapures et les déformations, en principe elle doit être d'autant plus lente que le métal est plus Dur, plus riche en carbone et en éléments spéciaux tels me (Mn, W, Cr). Que la section à chauffer est importante et massive, que la conductibilité du métal est plus faible (Figure .04).

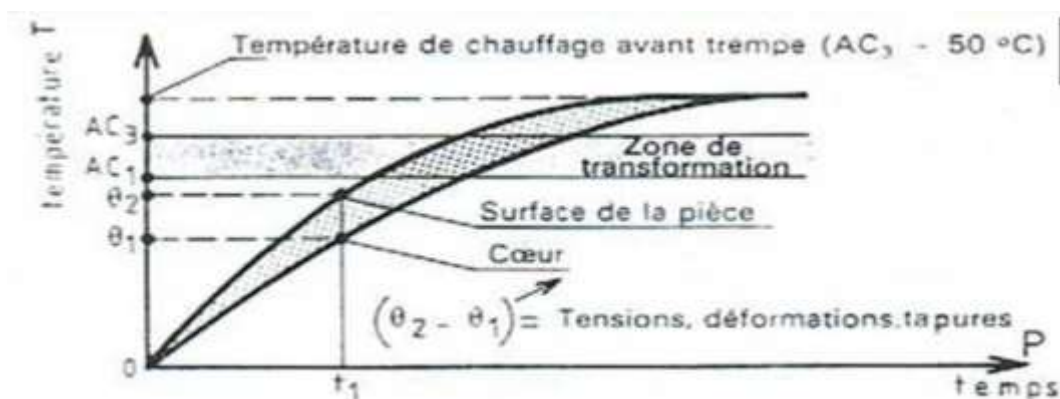


Figure .II.2 : les étapes de chauffage pour les aciers.

Remarque :

On ne préchauffe généralement pas de pièce des petites dimensions de forme simple, de section Uniform - conçues en aciers doux ou mi-durs de construction. Par contre on préchauffe toujours les pièces en aciers durs, aciers outils, aciers rapides. On admet que la fragilité s'étend jusqu'à $550^\circ C$ à $650^\circ C$. La température de préchauffage étant inférieure environ $30^\circ C$. Pour certains aciers nécessitant une température de traitement élevée (ex : aciers rapides deux préchauffages sont recommandés: 650 et $870^\circ C$. [7])

II.2. Les traitements thermiques classiques :

A l'état solide les aciers sont de caractère cristallin, le cristal est formé à partir de motif (maille élémentaire) répète périodiquement dans les 3 dimensions de l'espace et formant un

réseau de structure, en est une représentation schématique une purement conventionnelle, car aucun cristal ne représente un réseau aussi simple. Les cristaux ainsi formes peuvent atteindre individuellement des dimensions voisinant le dixième de millimètre et pouvant aller au-delà du centimètre. La zone marquant le passage d'un cristal au cristal voisin est désignée sous le nom de joint, elle est effectuée par un changement d'orientation du système cristallin. [8]

Le nom de grain désignant le cristal doit être attribue avec précaution, car il peut s'appliquer à des agrégats constitués de plusieurs cristaux. [8]

II.2 .1. Les recuits :

Les recuits ont pour but d'adoucir les aciers en éliminant les effets des étapes antérieures de leur fabrication (écrouissage ou trempe), ainsi que les hétérogénéités de structure imputables à leur élaboration (forgeage, laminage, soudage). Les recuits permettent en outre de retrouver les structures d'équilibre des aciers. Selon les buts visés et les modifications structurales obtenues, on distingue plusieurs types de recuits : le recuit de normalisation, le recuit complet, le recuit de coalescence, le recuit de recristallisation et le recuit de détente.

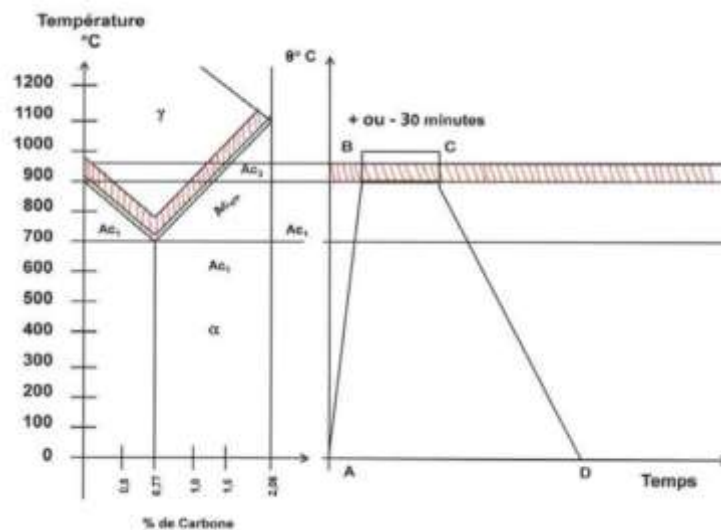


Figure. II.3: cycle thermique du Recuit complet.

II.2 .1. 1. Recuit de normalisation :

On procède au chauffage dans le domaine austénitique (50 °C au-dessus de la température d'austénitisation, A_3 , et au maintien pendant environ une heure. Après quoi, on laisse l'acier refroidir à l'air. La structure obtenue est un mélange de ferrite et de perlite fine. On cherche ici à obtenir une microstructure uniforme (affinement de la taille des grains) et à améliorer les propriétés de l'acier, après une déformation à chaud. [9]

II.2 .1. 2. Recuit complet :

Ce recuit est techniquement semblable à la normalisation ; toutefois, pour obtenir une perlite plus grossière et un adoucissement plus marqué des propriétés, on laisse l'acier refroidir au four. [9]

II.2 .1. 3 .Recuit de coalescence :

On procède au chauffage et au maintien prolongé à une température légèrement inférieure à la température de début de transformation, AC1.

On cherche ainsi à obtenir une perlite globularisées, afin de rendre les aciers durs plus facilement usinables. La structure obtenue est moins dure que celle d'une perlite lamellaire. [9]

II.2 .1. 4. Recuit de recristallisation :

On procède au chauffage dans le domaine Ferri tique (entre 500 et 700 °C) et on contrôle le refroidissement.

On applique ce traitement aux produits déformés à froid (tôles minces laminées à froid, par exemple) pour faire disparaître les structures d'écrouissage et faciliter ainsi une mise en forme ultérieure (emboutissage, pliage, etc). [10]

II.2.1. 5. Recuit de détente :

On procède au chauffage dans le domaine Ferri tique (entre 500 et 650 °C) et on veille à ce que le refroidissement soit lent. Ce traitement permet de réduire, voire d'éliminer, les contraintes internes engendrées au cours de la fabrication (assemblages soudés, pièces moulées et forgées, etc.). [10]



Figure .II4: structure d'un acier AISI H11 à l'état recuit

II.2.2. Trempe :

On veille ici à ce que le refroidissement soit suffisamment rapide, afin d'éviter la transformation de l'austénite en produits d'équilibre (ferrite et perlite) et d'obtenir plutôt une transformation martensitique. La vitesse critique de trempe est la vitesse de trempe minimale qui permet d'éviter tout début de transformation perlitique ou bainitique et d'obtenir ainsi une structure entièrement martensitique. Cette vitesse critique de trempe, qui est fonction de la composition chimique de l'acier et de son histoire antérieure (taille des grains austénitiques, conditions d'austénitisation, etc.), permet de définir la trempabilité de l'acier. La trempabilité est la capacité d'un acier de se transformer en martensite dans des conditions de refroidissement données. Un rond d'acier ordinaire (contenant 0,60 % de C) de 100 mm de diamètre, lorsqu'il est trempé à l'eau, ne subit une transformation martensitique complète que sur quelques millimètres de profondeur, par contre, ce même rond peut être trempé à cœur s'il contient en plus des éléments d'alliage. L'acier du second rond est par conséquent plus trempable que celui du premier. La trempabilité d'un acier est déterminée par le diamètre critique. On appelle diamètre critique le diamètre d'une barre (tournée dans des conditions données), dont la structure, au centre, se compose de 50 % de martensite et de 50 % de perlite. Puisque ce diamètre est fonction de la sévérité du milieu de trempe, le diamètre critique idéal est celui qu'on obtiendrait dans un milieu de trempe de sévérité infinie. Dans un tel milieu, la surface de la pièce trempée atteindrait instantanément la température du bain de trempe, et la vitesse de refroidissement, en un point quelconque de la pièce, ne dépendrait que des propriétés thermiques du métal et non de la résistance de l'interface métal-bain de trempe à l'écoulement de la chaleur. [11]

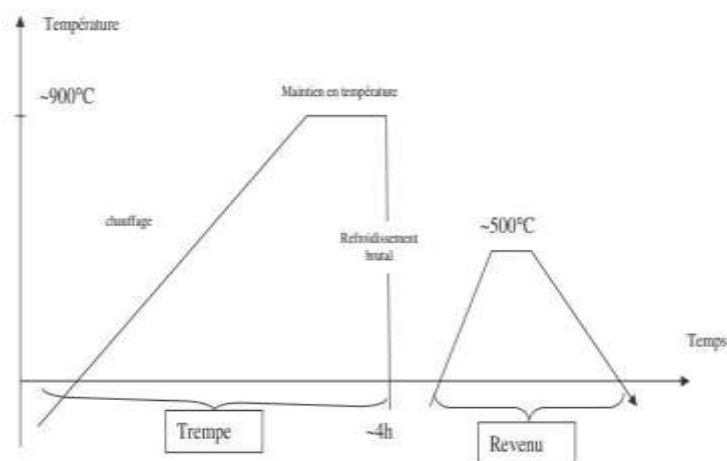


Figure.II.5: cycle thermique de la trempe et revenu.

II.2.3.Revenue :

Après la trempe, on chauffe l'acier entre 150 et 650 °C pendant environ une heure. Nous avons déjà vu que, au cours du revenu, il y avait décomposition de la martensite et retour partiel à une structure comportant les constituants d'équilibre ferrite et carbures. Si le revenu diminue les propriétés mécaniques de l'acier (limite d'élasticité, résistance et dureté), il améliore par contre sa ductilité et sa ténacité. Toutefois, dans certains domaines de température, le revenu peut s'accompagner d'une diminution de la ténacité. Cette sensibilité à la fragilisation au cours du revenu - fragilité au bleu - se manifeste pour des températures de revenu allant de 250 à 350 °C, températures auxquelles la cémentite commence à se former; cette sensibilité est par ailleurs reliée à la présence d'impuretés (N, P ou S). Une autre forme de fragilisation au cours du revenu apparaît dans les aciers alliés entre 400 et 575 °C ; dans ce cas, ce sont des traces de Sn, Sb ou P qui entraînent, par ségrégation inter granulaire, une fragilisation des anciens joints de grains austénitiques. [12]

II.3. Traitements de surface :

Les traitements thermiques dans la masse améliorent les propriétés mécaniques des aciers, mais ils s'accompagnent d'une diminution de leur ténacité. Or, pour de nombreuses utilisations, ce sont surtout les propriétés des surfaces qui sont importantes (dureté superficielle et résistance à l'usure, par exemple). Dans ces cas, il est donc préférable de ne traiter que la surface de la pièce, afin que son cœur, de résistance moyenne, conserve une bonne ténacité. Les pièces pour lesquelles on effectue de tels traitements sont aussi nombreuses que variées : arbres de torsion, dents d'engrenages et de pignons, arbres à came, surfaces de glissement, etc. Pour effectuer les traitements de surface, puisqu'il n'est plus nécessaire que l'acier ait une forte trempabilité, on utilise en général des aciers au carbone ordinaires, ou des aciers peu chargés en éléments d'addition et qui sont sujets à une faible pénétration de trempe. Les surfaces traitées, à cause des transformations qui accompagnent le traitement, sont le siège d'importantes contraintes de compression résiduelles. Cet état de contrainte exerce un effet bénéfique sur la résistance à la fatigue et sur l'endurance des pièces ainsi traitées, puisque les microfissures auront plus de difficulté à se former dans les zones superficielles mises en compression. On distingue deux types de traitements de surface :

1. Les trempes superficielles, appliquées uniquement à la surface des pièces.
2. Les traitements thermo-chimiques, qui modifient la composition de la surface. Dans les deux cas toutefois, la pièce traitée est hétérogène, car, entre le cœur et la surface, s'établit des gradients de structure et de propriétés. [13]

II.3.1. Trempe superficielle des aciers :**II.3.1.1. Principe et but :**

Il consiste à chauffer localement la surface d'un pièce en acier jusqu'à la température d'austénitisation, à la refroidir ensuite à une vitesse suffisante pour obtenir un constituant de trempe énergétique.

Le refroidissement s'effectue le plus souvent par un jet d'eau sous pression, ont pour but l'obtention d'une dureté élevée en surface jointe à une ténacité et une ductilité importantes à cœur, on peut obtenir ce résultat par une modification de la zone superficielle de la pièce soit par un traitement thermique localisé (chauffage superficiel et trempe).[11]

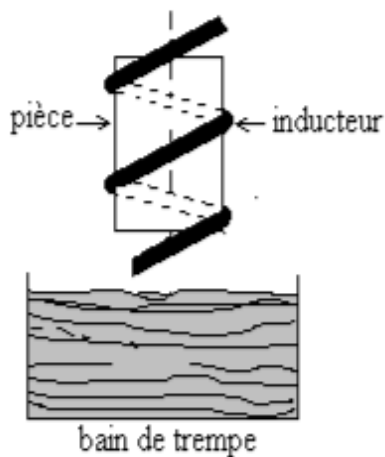
II.3.1.2. Procède de la trempe superficielle :

La grande dureté provient du refroidissement énergétique venant à la fois de l'intérieur de la section, le volume de métal à refroidir étant faible par rapport à celui resté froid. Dans le cas d'un traitement thermique classique, la quantité de chaleur à évacuer de toute la masse de la pièce ne permettrait d'obtenir ce résultat qu'en choisissant un acier fortement allié.

On distingue deux types de traitements de surface les trempe superficielles, appliquées uniquement à la surface des pièces, et les traitements thermo-chimiques, qui modifient la composition de la surface, dans les deux cas toutefois, la pièce traitée est hétérogène, car, entre le cœur et la surface, il s'établit des gradients de structure et de propriétés.[12]

II.3.1.3. Moyens de chauffage d'une trempe superficielle :**II.3.1.3.1. Le chauffage par induction :**

Le chauffage à la flamme oxyacétylénique ou oxy-métrie sont couramment utilisés. Un générateur de courant haute fréquence, crée un champ magnétique alternatif dans lequel est placée la pièce à chauffer. L'ensemble forme sans fer, l'échauffement de la pièce est dû aux pertes par courant induits (de FOUCAULT), la circulation des courants s'effectue à la périphérie de la pièce sur une épaisseur qui est fonction de la fréquence, la profondeur chauffée, varie en fonction de fréquence f (en HZ) et le temps et la puissance, la fréquence restant fixe. Dans les applications courantes de chauffage par induction, la puissance spécifique utilisée de 1 à 4 KW/cm². [13]



Ce procédé s'applique aux pièces de formes extérieures et intérieures et convient pour la série. Cependant son installation est onéreuse.
Exemple d'application : vilebrequin ; arbre à came

Figure .II.6: trempe superficielle par induction.

II.3.1.3.2. Trempe superficielle par flamme :

Les courants induits examinés précédemment sont remplacés par une flamme qui, dirigée perpendiculairement à la surface à durcir, élève température, la flamme est escamotée ou déplacée, remplacée immédiatement par une douche munie de jet d'eau de refroidissement qui produit l'effet de trempe recherché. [16]

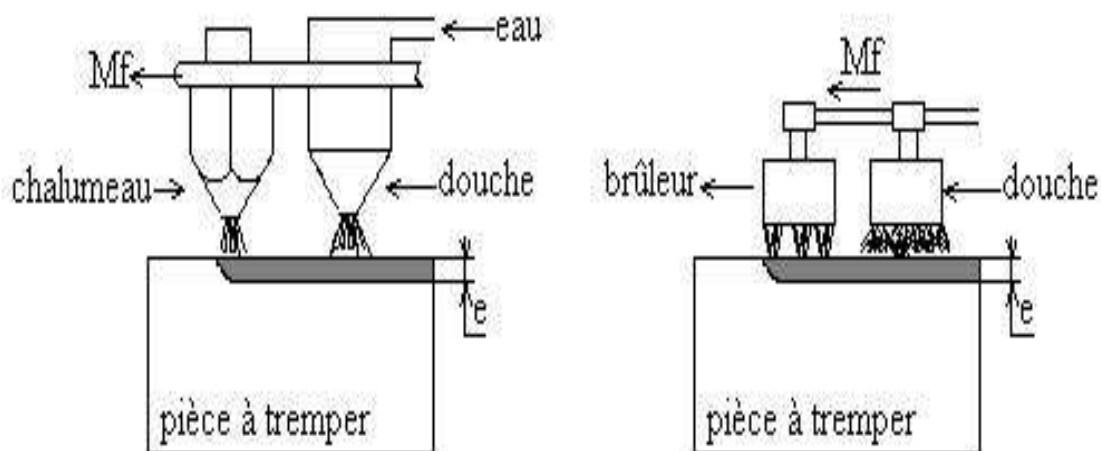


Figure .II.7: chauffage par flamme.

II.3.2. Traitements thermochimiques :

En plus modifier la microstructure de la surface et, partant, ses propriétés mécanique, les traitements thermochimiques en modifiant la composition, ce une profondeur pouvant atteindre 1 ou 2 mm. Ces traitements thermochimiques sont :

-La cémentation diffusion le carbone.

-La boruration diffusion le bore.

-La nitruration diffusion l'azote.- La cyanuration et carbonisation .-La métallisation par cémentation [17].



Figure. II.10 : four des traitements thermo-chimiques.

II.3.2.1.Traitements thermo-chimiques avec élément léger :

II.3.2 .1.1. La cémentation :

La cémentation est un processus de saturation en carbone de la couche superficielle de l'acier et ayant pour but principal, l'obtention d'une surface dure et résistance à l'usure pas enrichissement de la couche superficielle en carbone jusqu'à une concentration de 0,8 à 1,2 % C et par trempe ultérieure suivie d'un revenu à basse température. Ce procédé accroît également la limite de fatigue. La cémentation est appliquée aux aciers à faible teneur en carbone (0,5 à 0,02 % C) pour les grosses pièces jusqu'à 0,3 % C. Le choix de la nuance d'acier est nécessaire pour que le cœur de la pièce garde sa ductilité. Il existe trois modes essentiels de cémentation.- Par agents solides contenant du carbone. - Par gaz.- Par agents liquides. Généralement la profondeur maximum de pénétration est de 2 mm, donc il est exigé que les différentes opérations d'usinage doivent être réalisées avant le traitement de cémentation, c'est à dire, les pièces à cémenter sont fournies après l'usinage qui doit prévoir alors une surépaisseur de rectification de 0,05 à 0,1 mm, ou après finition. [17]

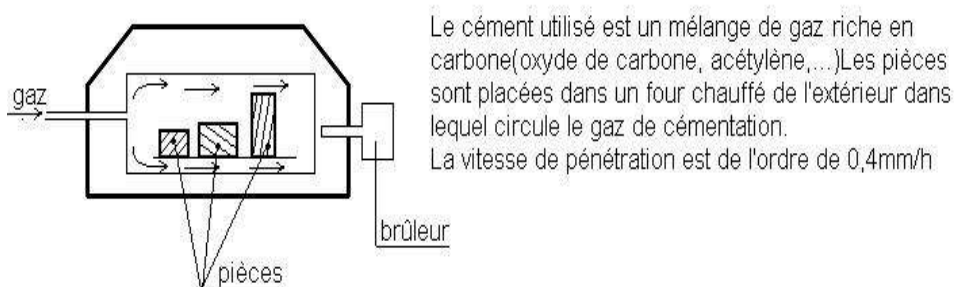


Figure. II.11: procédé de cémentation.

II.3.2 .1. 2. Cémentation solide :

Dans cette opération est un ciment solide, le plus souvent le charbon de bois. Pour accélérer la cémentation, on ajoute au charbon des activateurs dont le carbonate de baryum $BaCO_3$ et le carbonate de sodium Na_2CO_3 à raison de 10 à 40 % du poids du charbon. Le ciment solide largement utilisé se compose de charbon de bois, de 20 à 25% de $BaCO_3$ et jusqu'à 3,5% de $CaCO_3$. Les pièces sont placées dans des caisses soudées en acier, ou plus rarement, en fonte. La température de cémentation varie de 900 à 940 °C. Après cémentation, les caisses ne sont ouvertes qu'après leur refroidissement à l'air jusqu'à 400 ou 500°C.

Le carbone atomique est obtenu de la manière suivante : $2CO + CO_2 + O_{at}$

L'addition du carbonate rend le ciment beaucoup plus actif et enrichit l'atmosphère carburante en oxyde de carbone : $BaCO_3 + CBaO + 2CO$ [16]

II.3.2 .1.3. Cémentation liquide :

Les pièces sont plongées dans un bain de sel fondu à base de cyanure de baryum et de sodium vers 980°C. Cette technique relativement simple de mise en œuvre permet un chauffage homogène et une action chimique régulière. [17]

II.3.2 .1.4. Cémentation gazeuse :

La cémentation gazeuse est la plus employée. Elle se fait industriellement à partir d'atmosphères obtenues par installation et décomposition à chaud (combustion) d'hydrocarbures, atmosphères qui sont caractérisées par leur potentiel carbone. Le potentiel carbone d'une atmosphère est défini comme étant « la teneur en carbone à la surface d'un échantillon de fer pur en équilibre avec le milieu de cémentation considérée dans les conditions retenues ». Il y a carburation si, initialement l'activité du carbone dans le métal est inférieure au potentiel carbone de l'atmosphère. Dans le cas inverse, il y a décarburation du métal. Quand ces deux variables sont égales le système est à l'équilibre et n'évolue pas. Les gaz tels que l'oxyde de carbone et le méthane réagissent à chaud à la surface de l'acier, de telle sorte que le carbone libéré s'insère dans le réseau cubique à face centrée du fer. $2CO + CCH_4 + 2H_2 + C$. [17]

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

cémentation gazeuse. Les quantités des oxydes internes formés et leur profondeurs dépend des conditions de la cémentation (température, temps...), plus la profondeur de la :

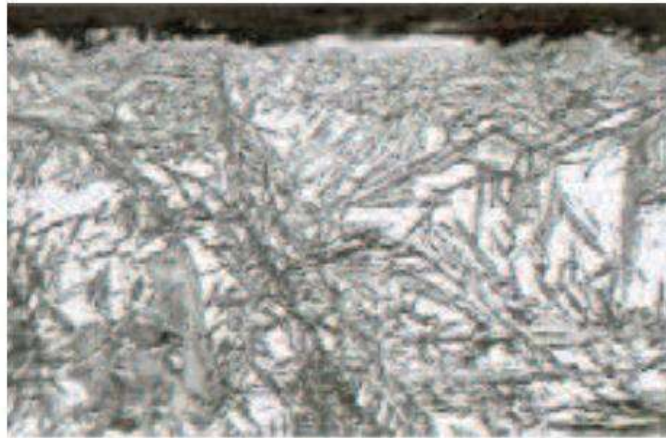


Figure. II.1.2: Austénite résiduelle dans une couche cémentée et durcie par trempe.

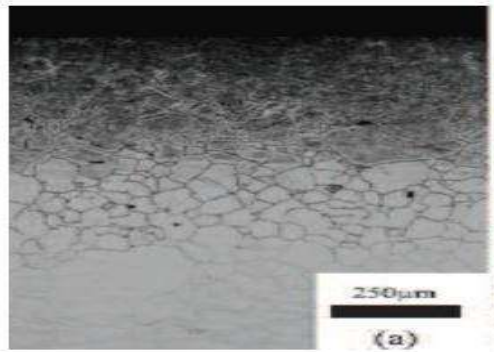


Figure. II.13:Micrographie d'une couche cémentée par plasma pendant 2 h d'un acier.

II.3.2 .1. 5. Cémentation ionique

Les pièces à cémenter sont placées en position de cathode à l'intérieur d'une enceinte contenant un hydrocarbure sous pression réduite. L'application d'une différence de potentiel électrique entre une anode et une cathode (la pièce) conduit à la formation d'une décharge électrique dans l'enceinte et d'une couche luminescente qui entoure la pièce, dont le chauffage est assuré par le plasma. De façon très simplifiée, les gaz carburants sont dissociés pour fournir du C libre. Par rapport aux autres techniques de cémentation, la cémentation par plasma présente les avantages suivants :

- Possibilité d'effectuer un décapage ionique préalable de la surface à cémenter afin nettoyer.-
- Transfer plus rapider de carbon dan lacier.
- Meilleur contrôle des paramètres de traitement et de la productibilité.- Plus bass consommation de gaz et d'énergie.

- Absence de pollution de l'environnement.
- Plus grande propreté et absence d'oxydation superficielle des pièces traitées ;
- Possibilité de réaliser des zones cémentées très précisément délimitées.[18]

II.3.2.2. Carbonituration (750- 880 °C) :

Les agents de carbonituration sont liquides ou gazeux les éléments liquides sont des sels à base de cyanure, cyanate alcalins, carbonates et chlorures alcalins ; les carbonates et les chlorures permettent d'abaisser le point de fusion et les chlorures activent le bain. Les ciments gazeux sont des mélanges de gaz contenant du carbone (hydrocarbure..) et de gaz contenant de l'azote (ammoniac), par réaction mutuelle ces gaz forment du *CN* et du *CNH* qui sont les agents à la fois carburants et nitrurant. Les atomes d'azote, comme les atomes de carbone, entrent en solution solide d'insertion dans l'austénite. L'azote accélère la diffusion du carbone, c'est ainsi que la carbonituration des aciers mi-durs à 850 °C progresse deux fois plus vite que la cémentation des mêmes aciers par le carbone seul, l'azote a donc un rôle important d'accélération du processus d'enrichissement. [19]

II.3.2.3. La boruration :

La boruration est un traitement Thermo-chimique pour métaux ferreux, qui résulte en une surface de Borure de Fer très dure et résistante à l'usure. Le traitement est idéal pour les pièces qui sont exposées simultanément à de 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 %. Les grands avantages d'une Boruration sont une obtention d'une dureté de surface qui est 3 x plus élevée que dans l'état non traitée et 2 x plus dure que la Nitruration ou une 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. Les applications typiques sont des robinets-vannes dans l'industrie chimique, vis, têtes de spin, outils de soufflage dans l'industrie du verre, vannes rotatives de dosage et plaques d'usure. [20]

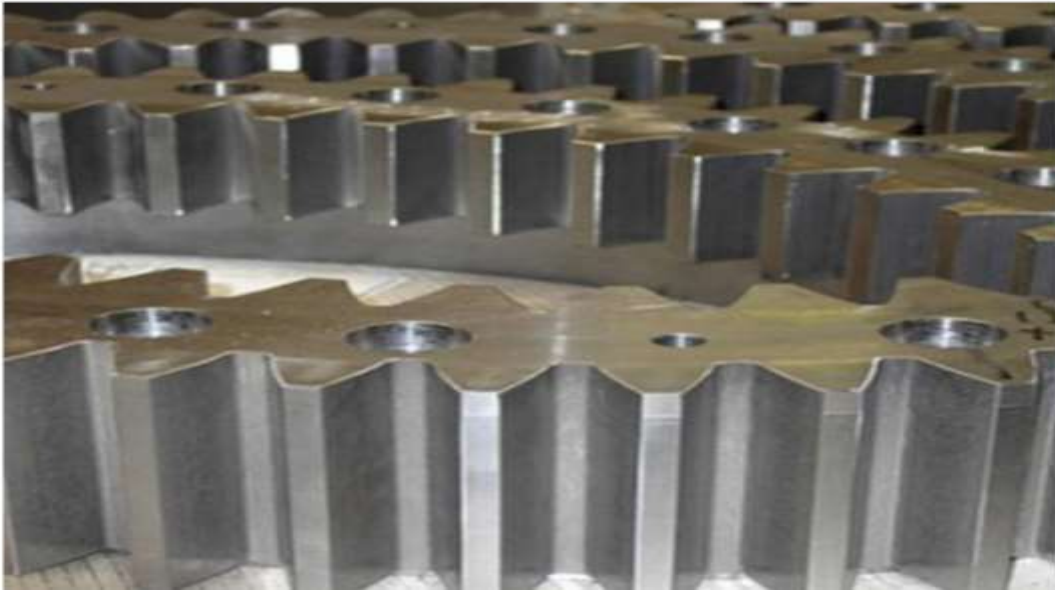


Figure. II.14: Couche de boruration sur l'engrenage.

II.3.2.1.4 .1.- Propriétés d'une surface de Borure :

Profondeur du traitement 10-30 μm . Applications Thermiques avec pointe à maxi 1000°C et en continu maxi 500°C. Dureté de la surface: 1600-2000 Micro Vickers. Traitement très économique grâce à de faibles coûts d'outils. Bon accrochage au support du fait de la constitution dentelée de la couche de Borure Trempe possible pendant et après traitement possible. Dimensions standard 3200x2000x900mm, autres sur demande. - Industries: Appareillage, Vannes et robinets, Constructions de machines Industrie du verre Industrie Textile. [21]

II.3.2.1.5. La nitruration :

La nitruration conduit à l'obtention d'un durcissement superficielle par diffusion d'azote en générale sans traitement thermique consécutifs. L'agent nitrurant peut être :

-liquide : bains de sels fondus.

-solide : poudres.

-gazeux : ou l'azote est actif à l'état atomique (nitruration gazeuse classique) ou à l'état d'ions dans un plasma (nitruration ionique). [22]

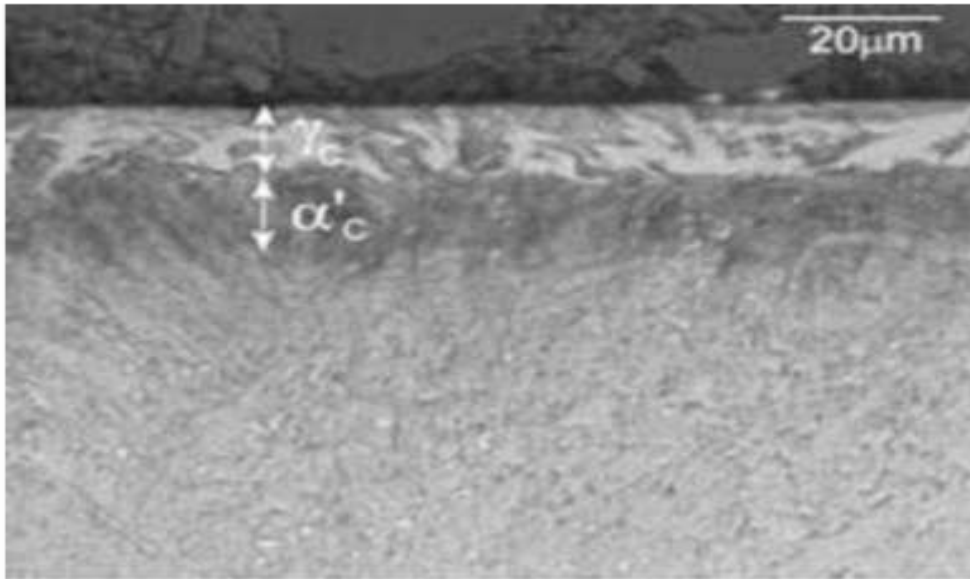


Figure. II.15 : couche de nitruration.

- Le diagramme fer-azote On a le diagramme suivant en pourcentage atomique :

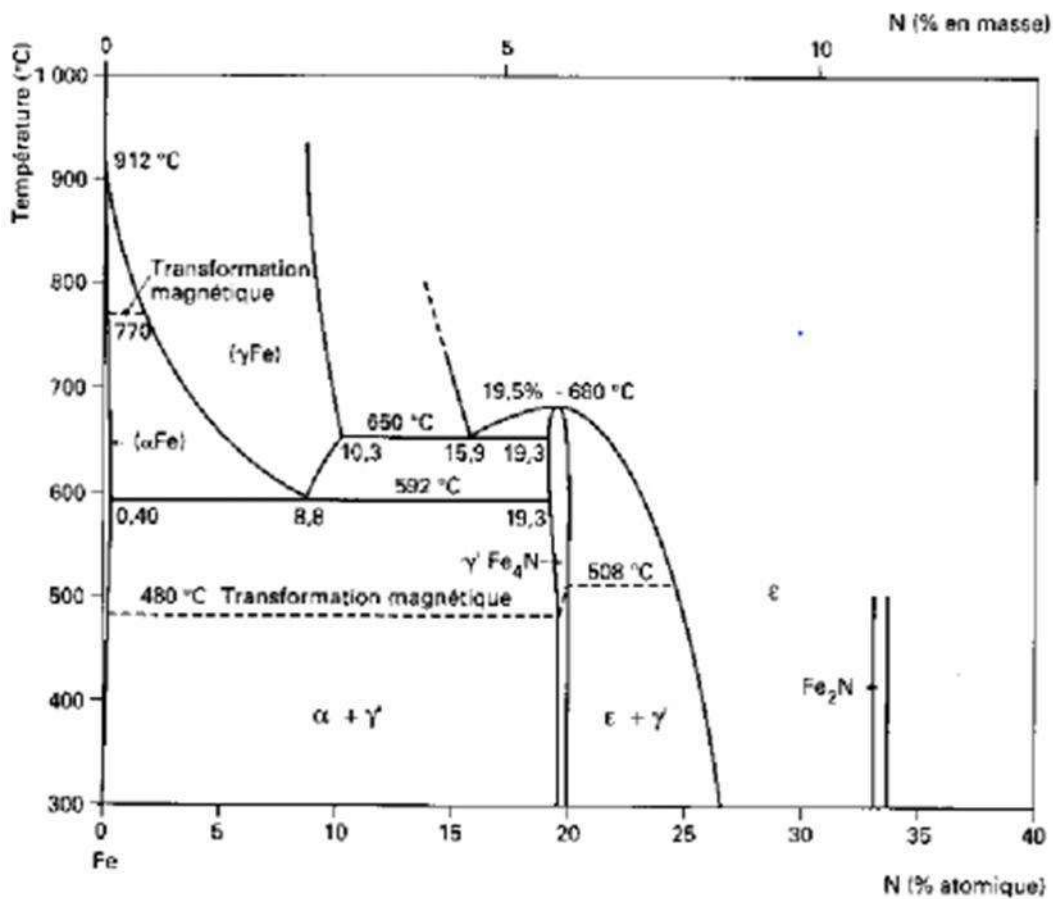


Figure. II.16 : Le diagramme fer -Azote.

La phase la plus riche est la phase ϵ Fe₂N Sa structure est hexagonale avec en Moyenne 2 ou 3 atomes d'azote en insertion par maille. [23]

On a ensuite la phase γ' Fe₄N de structure cubique faces centrées avec un atome d'azote au centre de la maille.

On retrouve ces 2 phases ϵ et γ' dans la couche superficielle sur une épaisseur de 20 μm . Elles constituent la couche blanche qui est fragile. Au-delà, plus en profondeur, on a la couche de diffusion avec une solution solide d'insertion de l'azote dans le fer α qui atteint entre 0,5 mm et 1mm.

Le coefficient de diffusion est $D = 6,60 \cdot 10^{-10} \text{s}$.

La durée du traitement est de Plusieurs dizaines d'heures.

En ordre de grandeur, il faut 100 h pour avoir une épaisseur de 1 mm de la couche diffusion.

[23]

II.3.2.6. La nitruration gazeuse :

Ce type de nitruration se déroule généralement dans un four de type cloche ou puits équipé d'un système de convection forcée de l'atmosphère. Le principe de base est d'amener du gaz ammoniac dans un four doté d'un système de brassage de l'atmosphère et d'une régulation de température. Ce traitement de nitruration peut être considéré d'une façon globale comme un transfert des atomes d'azote du gaz ammoniac dans le matériau. Cette réaction peut s'écrire de la façon suivante : $\text{NH}_3 = \text{N} + 3\text{H}$. Pour des températures voisines de 600 °C, un traitement de 10 heures avec de l'azote permet d'obtenir des couches de combinaison d'épaisseur pouvant atteindre les 20 microns et pour certaines conditions la couche de diffusion peut dépasser les 150 microns. [24]

II.3.2.7. La nitruration ionique :

Dans une enceinte contenant un mélange gazeux à base d'azote sous une pression de 10 à 1×10^3 Pa, on applique une tension continue, comprise entre deux électrodes. L'échantillon à traiter fait office de cathode et les parois de la cuve d'anode. Le courant et la tension sont choisis de manière à provoquer une décharge luminescente qui conditionne le départ et l'accélération des électrons libres de l'échantillon métallique vers les surfaces anodiques du four. Lorsque ces électrons entrent en collision avec les molécules de gaz proches de la surface de l'échantillon, celles-ci s'ionisent c'est à dire qu'elles libèrent un ou plusieurs électrons de valence qui peuvent percuter d'autres molécules et libérer ainsi d'autres électrons. De plus, le champ électrique au voisinage de la cathode et de l'anode est suffisamment élevé pour provoquer ainsi l'ionisation des atomes de l'atmosphère gazeuse au voisinage des pièces. L'ensemble des particules ionisées constitue ainsi le plasma dans lequel

les ions négatifs formés sont attirés par l'anode tandis que les ions positifs sont attirés par la cathode. C'est le cas des ions azote, qui sont majoritairement positifs et sont attirés par la pièce à traiter. L'interaction entre les ions azote et la matière conduit alors à un processus d'absorption et, suivant les paramètres de traitement, à la formation de nitrures et à la diffusion d'azote atomique à travers la section de la pièce. Le problème pour cette technique est l'impossibilité de dissocier la création du plasma de l'échantillon. En effet, pour des pièces de formes complexes, il se produit des phénomènes de cathode creuse avec un échauffement local de la pièce. C'est pourquoi de nouveaux systèmes sont actuellement développés dans le but de créer le plasma par des électrodes secondaires. [25]

II.3.2.8. La nitruration en bain de sel :

Aux températures de nitruration 500 - 550 °C, il est possible d'obtenir une réaction de nitruration à partir de la décomposition thermique d'un cyanure alcalin (potassium ou sodium). Différents bains industriellement utilisés, à base de cyanate et de carbonate peuvent être utilisés, la nitruration peut être activée par insufflation d'air, la réaction est alors plus rapide. Il est possible de former des couches de nitrure de combinaison (composé de ϵ) épaisses, mais souvent la couche de diffusion est faible et la température élevée ne permet pas d'obtenir des valeurs de contraintes importantes. [26]

II.3.2.9. Siliciuration :

C'est la saturation en silicium de la surface de l'acier, ce qui donne à l'acier une bonne tenue à la corrosion, vis à vis des différents milieux, la siliciuration accroît quelque peu l'usure. L'opération s'effectue dans un mélange pulvérulent (75 % de Ferro-silicium + 20 % de chamotte et le reste H₄Cl), ou le plus souvent, dans un milieu gazeux (SiCl₄), obtenue en faisant passer du chlore par un espace réactif contenant les pièces à traiter et du Ferro-silicium ou du carbure de silicium.

La température de saturation est de 950 à 1000°C.

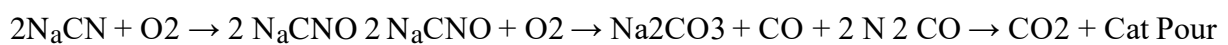
La couche siliciure se distingue particulièrement par une porosité accrue, sa profondeur est de 0,3 à 1 mm, mais caractérisée par une faible dureté (200 à 300 HV).

La siliciuration est appliquée aux pièces utilisées dans l'équipement chimique, du papier, du pétrole etc. [28]

II.3.3. Traitements thermochimiques avec deux éléments légers :**II.3.3.1. La cyanuration :**

La cyanuration est un procédé ayant pour but la saturation simultanée de la surface de l'acier en carbone et en azote afin d'augmenter la dureté et la tenue à l'usure. Les aciers destinés à subir un tel traitement contiennent de 0,2 à 0,4 % C. La cyanuration réalisée à des températures de 820 ou 860°C, dans des bains contenant 20 à 25 % NaCN , 25 à 50 % NaCl et 25 à 50 % Na_2CO_3 , est destinée pour obtenir une couche de faible épaisseur (0,15 à 0,35 mm). La durée de l'opération varie en fonction de l'épaisseur de la couche à obtenir est de 30 à 90 mm. [28]

Le carbone atomique et l'azote dégagés selon les réactions ci-dessous, diffusent dans l'acier.



Pour obtenir une couche plus épaisse (0,5 à 2 mm), l'opération se déroule dans un bain différent composé de NaCN , BaCl_2 et NaCl . La cyanuration est très employée dans l'industrie automobile et applicable aux petites pièces, telles que les pignons de commande de la pompe à huile, les compteurs de vitesse, les axes de ressort de la suspension arrière, les vis sans fin du volant, les petits arbres, les écrous etc. L'inconvénient de la cyanuration est le prix élevé et la nocivité des cyanures, ainsi que la nécessité imposée de prendre des mesures de protection spéciales. [28]

II.3.3.2. Traitements thermochimiques avec élément lourd :**II.3.3.2.1. Métallisation par cémentation :**

C'est un traitement thermochimique qui consiste à saturer la couche superficielle de l'acier en éléments tels que aluminium, chrome, bore etc. Après traitement, l'acier acquiert plusieurs propriétés importantes telles que la tenue à chaud et à l'usure accrue, la résistance à la corrosion et la dureté. [29]

II.3.3.2.2. La chromisation :

C'est la saturation en chrome de la couche superficielle des pièces de l'acier, par diffusion du chrome en milieu pulvérulent à une température supérieure à A_{C3} , (1000 à 1050 °C). Généralement la chromisation augmente la tenue à la corrosion jusqu'à 800°C et celle des aciers à teneur élevée en carbone (> 0,3 à 0,4 % C) (chromisation dure) augmente la dureté et la tenue à l'usure. [30]

La chromisation s'effectue dans des poudres formées essentiellement du ferrochrome et d'une matière poreuse. Les pièces sont mises en caisses et entourées de ce mélange. Une circulation d'hydrogène est assurée de bas vers le haut. A 1000°C, on introduit du chlorure d'hydrogène anhydre qui réagit avec le ferrochrome. Selon la réaction :

$$\text{FeCr} + 4 \text{HCl} \rightarrow \text{FeCl}_2 + \text{CrCl}_2 + \text{H}_2$$

Dont une partie du CrCl_2 réagit avec le fer, l'autre partie réagit avec l'hydrogène.

$$\text{CrCl}_2 + \text{Fe} \rightarrow \text{FeCl}_2 + \text{Cr}$$
$$\text{CrCl}_2 + \text{H}_2 \rightarrow 2 \text{HCl} + \text{Cr}$$

Le chrome ainsi formé, peut diffuser dans l'acier. L'opération dure quelques heures jusqu'à 12 heures. La dureté de la couche formée par une chromisation douce (faible teneur en carbone) est de 250 à 300 HV, tandis que pour une chromisation dure (teneur 0,4 % C), peut atteindre de 1200 à 1300 HV, l'épaisseur est de 0,15 à 0,20 mm. [30]

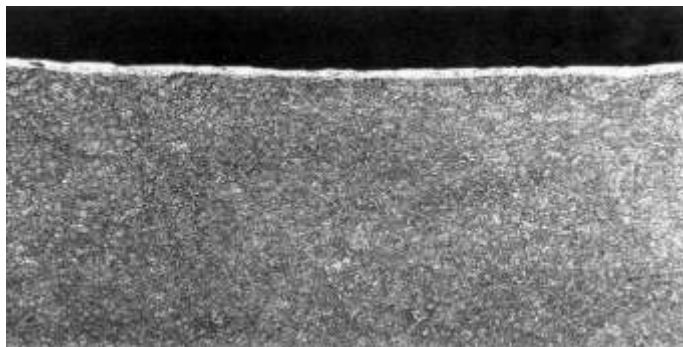


Figure. II.17 : couche de chromisation

La chromisation est très employée pour les pièces constituant les machines à vapeur, soupapes, valves, tubulures, etc. Il faut distinguer entre la chromisation et le chromage qui consiste à réaliser un dépôt électrolytique de chrome pour les aciers alliés, non alliés, trempés et non trempés. La couche obtenue est très dure (900 HV), mais assez fragile et peu résistante aux chocs thermiques. [31]

CHAPITRE III
Les essais mécaniques pour
Caractérisation des matériaux

III.1 Introduction:

Les essais mécaniques sont des expériences dont le but est de caractériser les lois de comportement des matériaux mécanique des milieux continus la loi de comportement établit une relation entre les contraintes pression et force et surface ,et les déformations :allongement unitaire adimensionnel Il ne faut pas confondre une déformation avec un déplacement ou une dilatation .cependant , la déformation d'une pièce dépend de la géométrie de la pièce et de la manière dont sont exercés les efforts extérieurs sur cette pièce .il faut donc normaliser les essais. Des normes définissent donc; la forme de la pièce d'essai dont on teste le matériau, on parle alors d'éprouvette normalise.

III.2. Les Essais de traction

III.2.1.Introduction:

Les propriétés mécaniques des métaux et alliages sont d'un grand intérêt Puisqu' elles conditionnent non seulement les problèmes de mise en forme Des matériaux , mais également leur comportement en service dans des Applications industrielles extrêmement diversifiées . [34]Le choix du métaux d'une pièces industrielles dépendra de la propriété Mécanique, de la résistance , de la dureté et de la ductilité . il est donc Nécessaire de mesurer ces grandeurs physiques par des essais mécaniques. L'essais de traction est le procède expérimental le plus largement utilisé Dans l'étude du comportement mécanique. Il permet l'étude des propriété mécaniques de base

III.2.2. principe de L'essai de traction:

L'essai de traction consiste à soumettre une éprouvette de forme définie à Une effort de traction appliqué , de façon continue jusqu' rupture de l 'éprouvette et enregistrer la déformation de l'éprouvette en fonction de la force appliquée. [32]

III.2.3 Les éprouvettes

L'éprouvette est généralement obtenue par usinage d'un prélèvement d'une Produit , on d'une ébauche moulée . sa section est généralement plate ou Circulaire , les éprouvettes de traction sont normalisées

III.2.4 courbe de traction conventionnelle

La courbe de traction conventionnelle ,est la courbe obtenue à partir de L'enregistrement F en fonction de ΔL effectué en cours d'essai en

Chapitre III: Les Essais Mécaniques Pour La Caractérisations Des Métaux

rapporant la force à la section initiale pour raisonner termes de contrainte $R=F/S$ et en Rapportant l'allongement à longueur initiale pour raisonner en termes d'allongement à relatif $\epsilon = \Delta L/L_0$. on obtient ainsi une courbe .

Intrinsèque au matériau , indépendante des dimensions de l'éprouvette utilisée

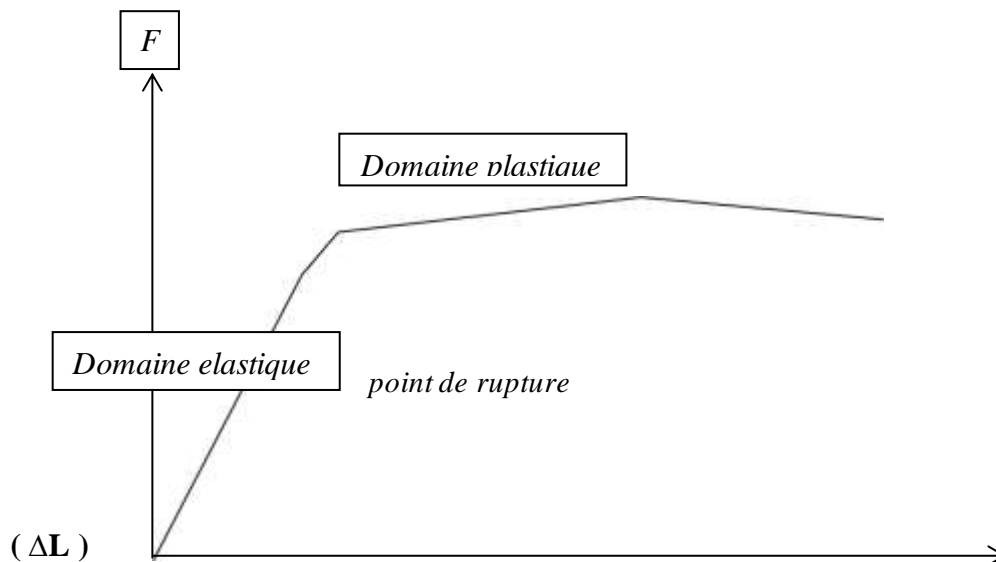


Figure III.1: courbe de traction conventionnelle.

La courbe de traction classique F en fonction de ΔL présente trois domaines Caractéristique :

.Zone d'élastique: domaine élastique à déformation réversible (le coefficient De proportionnalité est le module d' Young F). le point A marqué la limite Du domaine élastique;

. Zone plastique : domaine de déformation permanente homogène ou de Déformation plastique répartie . le point C se situe à charge maximale et au Début de la striction;

III.2.5 Mesure des contraintes

III.2.5.1 La limite d' élastique R_e

Autrement dit, c'est la charge maximum (N) par une section(mm^2) à partir de laquelle les déformations cessent d'être proportionnelles Aux efforts. $R_e = F_e / S_0$ La limite élastique R_e est la contrainte au –delà de la loi de HOOKE cesse De l'appliquer

III.2.5.2 La limite d'élasticité $R_{e(0.2\%)}$

Chapitre III: Les Essais Mécaniques Pour La Caractérisations Des Métaux

Cette limite correspond à la contrainte à partir de laquelle le matériau Commence à se déformer plastiquement . En parti que . Bien que la définition Soit simple .cette limite est difficile à apprécier : car le passage du domaine Elastique au domaine plastique se fait de façon progressive

La difficulté de lecture donnerait des interprétation erronées de cette limite Conventiennelle d' élasticité à 0.2%

III.2.5.3 La résistance à la traction R_m

La résistance à la traction R_m est la charge maximale (N) que peut supporter Le métal soumis à une traction , Au-delà de cette valeur de la contrainte, Apparait le phénomène d'instabilité qui conduit à la rupture avec formation De la striction .

Sa valeur est déterminée au cours de l'essai de traction , elle correspond au Point C de la courbe $R_m = F_m / S_0$

III.2.5.4 La Résistance à la Rupture

La résistance à la rupture est une grandeur conventionnelle puisqu' fait Référence à la section initiale de l'éprouvette , mais elle représente une limite Que les sollicitations ne doivent pas atteindre pour éviter un risque de ruin .

Au –delà du point D ,l'éprouvette casse. [35] La rupture peut alors se faire selon deux modes ductile ou fragile $R_r = F_r / S_0$

III.2.5.5 Module d'élasticité

Le module d'élasticité , est un paramètre lié aux propriétés élastiques du matériau , Il traduit l'action des forces de liaisons interatomique. Par suit , il est peu sensible aux changements de microstructure .

Le module de Young E est la pente de la portion linéaire de la courbe De traction caractériser en fonction de déformation ϵ .

$$E = F \div S_0 * L_0 / \Delta L$$

L_0 : Longueur initiale de l' éprouvette une entre repères .

F : force appliquée au point considère le diagramme dans le domaine Elastique .

ΔL : Allongement de l'éprouvette dans le domaine élastique .

Chapitre III: Les Essais Mécaniques Pour La Caractérisations Des Métaux

III.2.6 Courbe de traction rationnelle

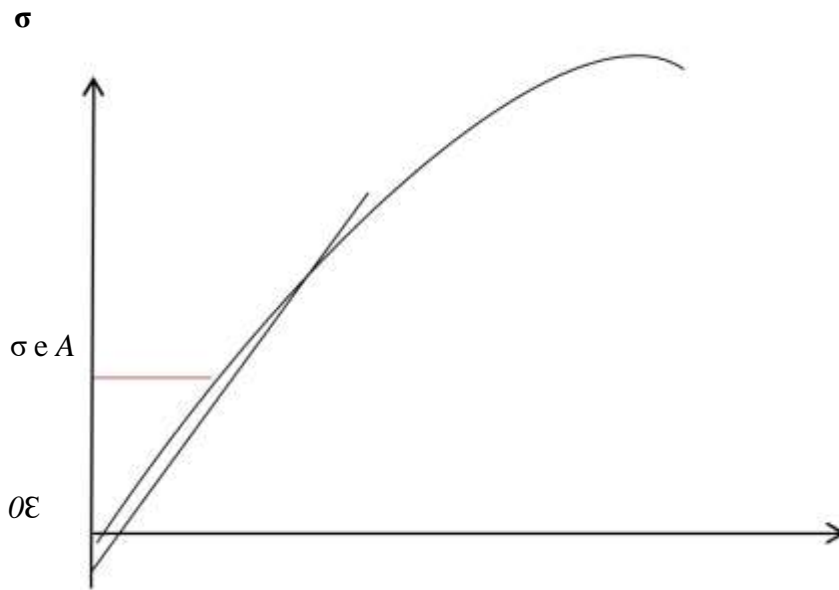


Figure III.2 . La courbe de traction rationnelle

Dans l'essai de traction , on mesure les efforts à la section initiale De l'éprouvette .Il existe une représentation de la traction de plus en plus Utilisée en laboratoire , que consiste à reporter la contrainte vraie σ en Fonction de la déformation rationnelle ϵ^* , c'est la courbe rationnelle

De traction .

l'allure d'une telle courbe est représentée sur la figure II.2 Ci-après . sur cette courbe il n'y a pas de différence avec la trace ordinaire Pour la partie élastique et la limite d'élasticité R_e , car les déformation Elastiques sont très faibles.

La portion d'allure parabolique de la courbe rationnelle , peut être mise Sous forme mathématique

L'expression la plus utilisée , est la parabole généralisée :

$$\sigma = \sigma_0 + K \cdot \epsilon^n$$

III.2.6.1 Contrainte vraie

Comme la montre la définition, la charge de rupture est une grandeur Conventiennelle puisque l'on rapporte la charge maximale à la section initiale La contrainte vraie correspond à la charge rapportée

à la section instantanée

Soit; $S_0 L_0 = S (L_0 + \Delta L)$

Chapitre III: Les Essais Mécaniques Pour La Caractérisations Des Métaux

$$S = S_0 * (1 + e)$$

Avec $e = \Delta L / L_0$ l'allongement relatif

$$\text{Donc } \sigma = F / (S_0 (1 + e))$$

F : charge appliquée (N)

S_0 : section initiale (mm²) .

III.2.6.2 Déformation rationnelle

L'allongement ordinaire n'est pas additif. Ce qui est gênant, les calculs de plasticité le remplacent par la déformation rationnelle. Cette dernière est introduite de la façon suivante.

$$\text{On a : } e = \Delta L / L_0$$

Soit (L_0) la longueur entre repères de l'éprouvette à une instant donnée.

Si on l'allonge d'une quantité ΔL , l'allongement relatif sera $\Delta L / L_0$. La déformation réalisée entre L_0 et $L_0 + \Delta L$.

III.3. Essai de résilience

III.3.1 Introduction:

L'essai de résilience a pour objet, de déterminer la résistance des matériaux à la rupture sous l'effet d'un choc par l'intermédiaire de l'énergie de rupture.

Bien que la résistance à la rupture se mesure traditionnellement, comme tout le monde le sait, avec un essai de traction classique.

La résistance que l'on vise à étudier ici a peu commun avec la résistance observée dans un essai de traction, la déformation est graduellement imposée à l'éprouvette. [33]

La matière a ainsi assez le temps pour réagir et s'adapter au changement. Dans la pratique, une pièce est souvent soumise à des chocs brutaux.

Pour cette situation, les valeurs observées dans un essai de traction ne donnent toujours satisfaction et peuvent même être trompeuses.

Chapitre III: Les Essais Mécaniques Pour La Caractérisations Des Métaux

III.3.2. I Définition du principe de essai

et à L'essai de résilience (essai au choc) consiste à rompre par un seul choc Une éprouvette préalablement entaillée en son milieu mesurer l'énergie

W (en joules) absorbée du matériau.

III.3.3 Les éprouvettes pour la résilience

III.3.3.1 Eprouvette CHARPY U

Une éprouvette est an barreau usiné de section carrée de 10 mm de cote et Dont la longueur est de 55mm . l'entaille de 2mm de largeur et de 5mm de Profondeur se termine par un fond cylindrique de 1mm de rayon.

La résilience est alors mesurée selon le symbole k_c (Figure II.3)

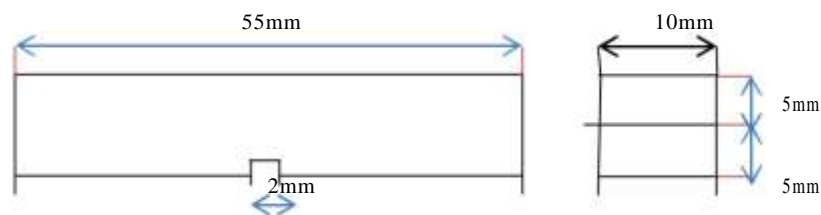


Figure III.3 : Eprouvette CHARPY U .

III.3.3.2 Eprouvette CHARPY V

Pour un essai avec une éprouvette CHARPY V , l'éprouvette sera ntaillée

En V de 2mm de profondeur et avec un angle 45° dont les dimensions Sont les mêmes que pour les éprouvettes CHARPY U . on précise par le Symbole k_{cv} l'essai de résilience en V .

(figure II.4)

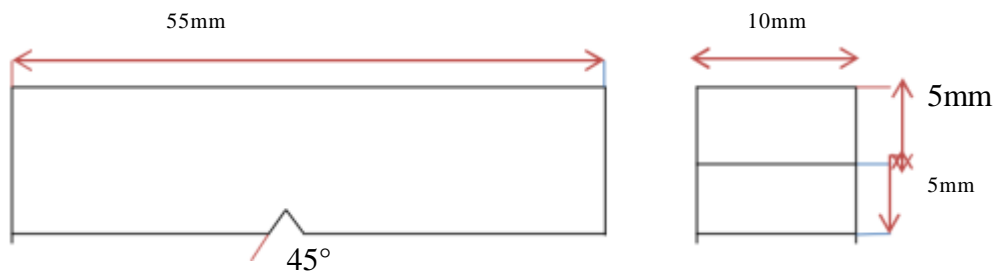


Figure II.4: Eprouvette de CHARPY V .

III.3.4 Températures pour les essais de résilience

Généralement les essais sont réalisés à température 20°C et à des températures inférieures à 0°C . Des gaz ou liquides sont utilisés pour abaisser. [36] Les températures des éprouvette si nécessaire (alcool , fréon , azote , liquide ,) Pour la résilience CHARPY V (k_{cv}).

Plutôt utilisée pour des températures inférieures à 0°C aujourd'hui tend à se développer même à température ambiante .

CHAPTER IV

Partie expérimental

IV . Introduction :

Dans le chapitre on a téléchargé plusieurs articles publiés ,pour faire une comparaison sur Le travaux des chercheurs qui sont travaux sur le même axe .

IV.1. 1er article**IV.1.1 Matériaux utilisé (Al₂ O₃)**

Nous avons utilisé deux type de Matériaux :

- * le premier est un acier ordinaire Cylindrique de diamètre 25mm revêtu par deux dépôts : _
dépôt d' aluminium Al₂O₃
- _ dépôt composite forme de 80% TiO₂ et 20% Al₂O₃.

Cet échantillon a été réalisé par déposition plasma par le département Leader en Allemagne (plasma engineering ans surface technologies) . [37]

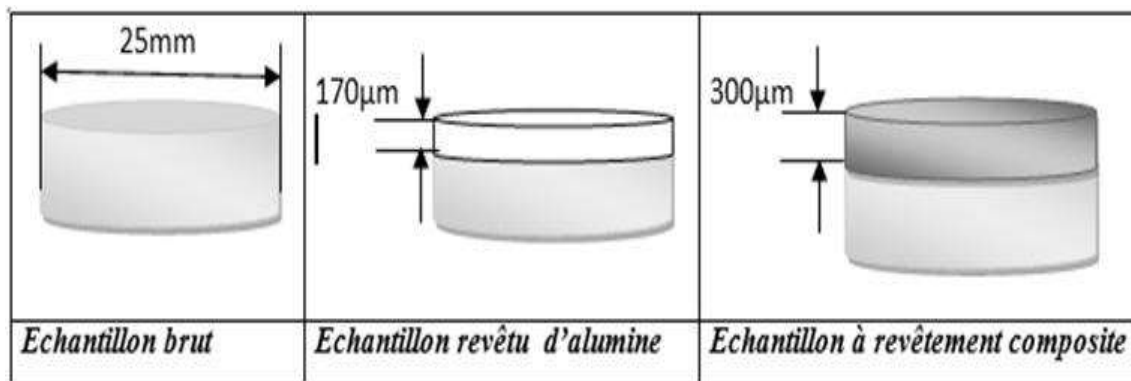


Figure IV.1: Schémas des échantillons utilisés

La second est un allige d' aluminium de nuance AU4G revêtue par un Dépôt d' acier inoxydable obtenu par projection plasma .

Cet échantillon a été élaboré par le laboratoire SPTS (sciences des Procédés céramiques et de traitements de surfaces)De limoges (France).

Les condition de projections sont :

- courant de projection :500 A
- distance de tir : 100mm
- matériaux de déposition : acier 316l , composite céramique
- épaisseur de la couche _300um

L'échantillon, est sous forme d'un cylindre de 40mm de diamètre et de 9 mm d'épaisseur. La surface revêtue est rectifiée pour servir de support d'essais tribologiques (Figure III.2). La composition des matériaux de revêtement ne sont données que globalement.

L'acier 316L (norme AISI) est un acier austénitique de composition technique : 0,03%C, 17%Cr, 12%Ni et 2,5%Mo. [38]

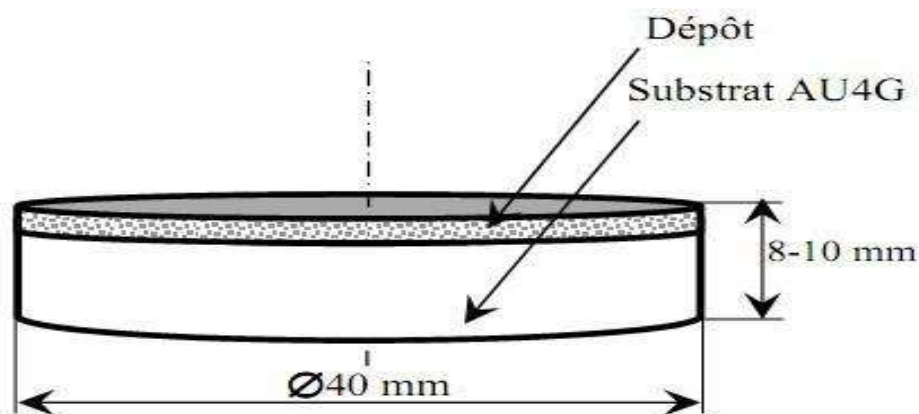


Figure IV.2 : Schéma d'échantillon utilisé

IV.1.2 condition travail

Les essais d'usure ont été effectués sous les conditions expérimental Suivantes:

Vitesse de rotation de échantillon : 56trs/min,

- force appliquée -100N pour le dépote alumine et composite céramique ;

-60N pour le dépote d' acier inoxydable ;

- durée d'essais :30min
- contact ponctuel : bille /dépôt plasma;
- le pion est une bille d'alumine très dure de diamètre 6mm;
-

IV.2.3.Moyens et appareils utilisé

IV.2.4 projecteur de profil

Pour la mesure de la largeur de chaque piste ,nous avons utilisé le projecteur de profil.

IV.2.5 Duromètre

Les essais de dureté ont été effectués sur un duromètre de type ZHU 2.5 permettant de réaliser différentes formes de dureté (Figure IV.3)



Figure IV.3 duromètre ZHU 2.5

la dureté du substrat et le profil de dureté substrat couche. On a réalisé des essais de dureté Vickers avec une charge de 5N et un temps de maintien de 15 secondes.

IV.1.6. observations métallographiques:

pour les observations métallographiques, on a utilisé deux microscopes le primaire est binoculaire ordinaire pour des observations grossières et sert à la limitation des endommagements majeurs (Figure IV.5).

Le deuxième est un microscope métallographique axio vert 40MAT " CARL ZEISS ", il est constitué de :

- un revolver de 4 à 5 objectives
- un camera
- un logiciel (intelligence integer)



Figure. IV.4. Binoculaire



Figure IV.5: microscopes métallographique Axiovert40MAT

IV.1.7. Préparation des échantillons

Pour les observations métallographique , l'échantillon a été minutieusement poli au papier verre différentes grades jusqu'à 4000 Sur une polisseuse rotatif . [38]

Les échantillons sont ensuite attaqués chimiquement La solution d'attaque est constituée de, 10cm^3 fluorhydrique , 15cm^3 acide Et 90cm^3 eau distillée , le temps 20 s

IV.1.8. résultats

IV.1.8.1 Etude de l' acier a revêtement alumine ou céramique composite

IV.1.8.2 Caractérisation par mesure de dureté :

Tableau. IV .1 : dureté des échantillons

N°	Substrata a ci Er			Revetment composite		
	F _{max} (N)	d(mm)	HV	F _{max} (N)	d(mm)	HV
1	5,03	0,05	320,09	5,03	0,05	320,09
2	5,03	0,05	320,99	5,02	0,07	207,08
3	5,00	0,07	216,26	5,01	0,07	187,81
4				5,02	0,03	798,92

IV.1.8.3 Tenue à l' usure:

Le tableau III.2 rassemble toutes les données relatives à l'essai d'usure pour chaque type d'échantillon

. Nous avons omis toute grandeur relative à la bille étant donné qu'elle n'a enregistré aucune perte de masse, Nous avons suivi l'usure des échantillons par la mesure des grandeurs suivantes:

D : diamètre moyen de la piste en mm, v

: vitesse de glissement relative en mm/s, l : la largeur moyenne des pistes en mm,

L : longueur (distance) parcourue au cours de l'essai en m,

\bar{m} : perte de masse après un essai d'usures en mg,

V : volume perdu en mm³,

K : le coefficient d'usures selon l'équation d'Achard

Tableau. IV .2 : resultat's expérimentaux

Substrate							
Piste	D [mm]	v [mm/s]	l [mm]	L [m]	m [mg]	V [mm ³]	K [10 ⁻⁵ g. N ⁻¹ m ⁻¹]
1	6,36	13,089	1,51	23,55	98,9	12,68	4.2
2	15,712	39,54	1,62	71,16	104,6	13,41	1,4

3	22,168	58,76	1,64	105,78	120,9	15,5	1,1
Echantillon revêtu en Al₂O₃							
Piste	D [mm]	v [10⁻³m/s]	l [mm]	L [m]	m [mg]	V [mm³]	K [10⁻⁵ g. N⁻¹ m⁻¹]
1	7,166	20,48	2,089	36,86	93,6	24	2,51
2	16,092	43,34	2,23	78,012	199,1	51,05	2,5
3	-	-	-	-	-	-	-
Echantillon à revêtement composite							
Piste	D [mm]	v [10⁻³m/s]	l [mm]	L [m]	m [mg]	V [mm³]	K [10⁻⁵ g. N⁻¹ m⁻¹]
1	6,1955	18,17	1,63	31,69	87,7	19,48	2,7
2	15,8146	47,84	1,70	86,11	165	36,67	1,9
3	21,068	61,79	1,733	111,21	192,7	42,82	1,7

IV.2. 2eme Article

IV.21. introduction:

On présente dans ce 2 article les technique d'élaboration des couches De revêtements de l' alumine et du système Ni –Al , ainsi qu'une Présentation générale des Différentes techniques de caractérisation de ces dépôts .

IV.2.2. Les Matériaux de base

Les matériaux employés dans cette étude pour réaliser des revêtement Par projection plasma sont la céramique Al₂ O₃ et l'intermétallique Ni-5wt%Al. [38]

IV.2.3. Les poudres a projetés

-Matériaux utilisé: Ni-5wt%AlPoudre du nickel aluminium (99.9% de pureté , -90µm de taille) est Généralement employé comme sous couche vue les remarquables propriétés qu'elle possède , telle que sa température de fusion très élevée , une force d'adhérence très ainsi qu'une résistance a la corrosion très importante .

une quantité de poudre du nickel d'aluminium de 500g a été employé pour construction de nos échantillons.

- Al₂O₃

La poudre de l'alumine employée dans ce travail est une poudre de haute (99.9%) et de taille de grains de 15µm. cette céramique dure est:

Généralement comme revêtements cause de ses propriétés uniques telle Que la résistance a la corrosion A haute température , un haut point de fusion qui est l'ordre de 2050°C Et une résistivité Electrique très élevée . pour réaliser nos avons utilisé une q quantité de 500g.

Les poudre a projeter ont été:

- étuvées dans sur un four à 80°C pendant 07h en vu de chasser toute trace d'humidité pouvant nuire à la qualité du dépôt
- mélangées manuellement afin d'assurer une bonne homogénéité granulométrique [40]

IV.2.4. Les substrat:

Le substrat utilisé dans cette étude , est un acier A37 relatif a un acier A bas carbone non allié d'usage courant. Le substrat est (6 x 2 x 1.8)cm³De dimensions. La teneur en pourcentage massique des éléments Constituants le substrat , obtenu a l'aide d'une analyse par fluorescence Au rayons X, est représentée dans le tableau ci-dessous:

Analyse par fluorescence aux rayons X Carbone et soufre par spectrométrie d'absorption en infrarouge Teneur des éléments en % massique

Tableau. IV .3 : analyse du substrat par la fluorescence des rayons X

	C	Mo	Cu	Ni	M n	Cr	P	Si	V	S
Tôle	0.059	0.007	0.119	<0.03	0.231	Traces	0.050	0.044	<0.01	0.010

Afin de crée une rugosité de 4-6µm sur la surface du substrat, on a utilisé Un sablage au corindon brun GN° sec et propre .

IV.2.5. la projection plasma

La projection par plasma est largement utilisée pour réaliser des revêtements du fait diversité des matériaux d'apport à déposer.

IV.2.6. paramètres de projection

Les paramètres de dépôts des matériaux d'apport employés dans cette Etude , sont présentés dans les tableaux:

IV.2.6.1 Al₂O₃ :

La réalisation de différentes épaisseurs du revêtement de l'alumine se fait par le l'augmentation de nombre de passe (aller-retour)de la torche sur le substrat .les paramètres de projection sont récapitulés

Tableau. IV .4 : paramètres de projection de Al₂O₃

Poudre	Nature	Al ₂ O ₃				
	Référence	Presi				
Paramètres Plasma	Pression Ar (bar)	5	Debit équivalent (l/min)		46	
	Pression H2 (bar)	7.2	Debit équivalent (l/min)		10.7	
	Intensité de courant (A)	530	Tension (V)		71	
Parameters de powder	Pression Gaz Porteur Ar (bar)	3.4		Debit equivalent (l/min)		35
	Rotation plateau Poudrier (tr/min)	24		Type racleur		L
	Diameter d'injecteur (mm)	1,8	Distance (mm)	6	Angle (°)	90
		Rotation				

IV.2.7 Résultats:**IV.2.7.1 calcule paramètres cristallins :**

La phase α se cristallise sous la forme hexagonal et pour calculer ses paramètres de maille, on utilise les équations. [40]

Tableau. IV .5 : Valeurs du paramètre cristallin a calculé des différents dépôts d' Al_2O_3

Parameter cristallin (Å).	La phase α	La phase γ	Al
La prouder Al_2O_3	a = 4.744 c = 12.873	a = 7.895	-
Revetment de 22 μm	a = 4.632 c = 12.958	a = 7.908	a = 4.051
Revetment de 29 μm	a = 4.712 c = 12.986	a = 7.900	a = 4.050
Revetment de 35 μm	a = 4.731 c = 12.955	a = 7.889	a = 4.062
La literature [19]	a = 4.759 c = 12.911	a = 7.911	a = 4.050

Nous remarquons que les valeurs expérimentales sont proches rencontrées dans la littérature. Le petit écart entre ces valeurs, par exemple : dans le cas du dépôt sur un substrat de 22 μm

D'épaisseur, la valeur de « a » est de 4.632 Å alors qu'elle est de 4.759 Å selon la littérature.

Ceci est dû aux problèmes techniques de l'appareillage de diffraction des rayons X.

IV.2.7.2 Observation optique:

L'observation par le microscope optique de la poudre de projection de l'alumine est présentée dans la figure III.1. On remarque que la forme de la poudre est irrégulière et elle se trouve sous forme d'agglomérats.

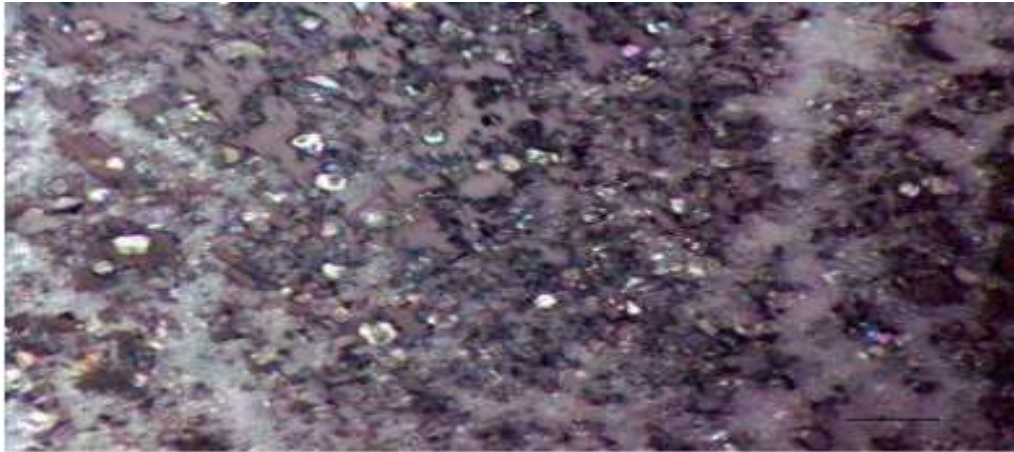


Figure IV.6: photo par Optique de la poudre de projection Al_2O_3



Figure IV.7: photo par microscope optique micrographique d'un revêtement d' Al_2O_3

On observe dans la figure III.6 le dépôt de l'alumine. De cette figure nous pouvons déduire que le revêtement est dense et homogène tout au long du revêtement

IV .3...3eme Article

Le système est un four pour l'élaboration de matériaux purs à haute température (matériaux tels que les oxydes fondus ou métaux). La fusion de la charge est obtenue par couplage électromagnétique au cœur de la fonte (induction ou torche plasma). De cette fusion résulte des forces de convection au sein du bain conducteur électrique et du rayonnement thermique. Dans ce dispositif, la mise en œuvre de fortes tensions électriques nous contraint à garantir l'isolation électrique entre la fonte et la structure métallique du four et également entre les différents éléments de la structure métallique. [43]

Cet article décrit la conception et le comportement de dépôts multicouches isolants électriques déposés sur les parois métalliques internes du four en acier inoxydable 304L placées dans un environnement sévère quantifié. En réacteur fermé, les flux thermiques importants aux parois (compris entre 50 et 100 $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$), les températures élevées (la température de peau de la structure métallique atteint 400°C et la température au sein de la fonte est de l'ordre de 1200°C) imposent aux parois métalliques du four refroidies des contraintes thermiques et thermomécaniques. De plus, les effluents liquides et gazeux corrosifs (vapeurs nitreuses notamment) au sein de l'enceinte soumettent la structure à des contraintes chimiques.

Les caractéristiques de l'assemblage final doivent donc répondre aux différentes contraintes qui lui sont imposées et garantir l'isolation électrique avec la fonte (supérieure à 2000 V en continu).

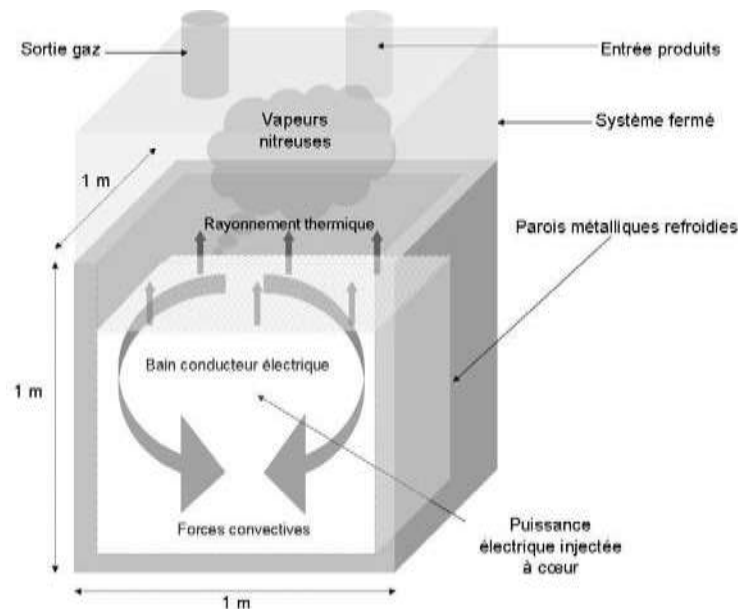


Figure IV.8 : Schéma du procédé

Le dépôt est constitué d'une sous-couche métallique à base nickel permettant une accommodation des coefficients linéaires de dilatation entre le substrat métallique et la couche diélectrique lors des cycles thermomécaniques ainsi qu'une meilleure cohésion au niveau de l'interface métal/céramique et d'une couche d'alumine élaborées par projection thermique plasma (APS). Ces procédés sont très bien adaptés pour la formation de revêtements sur un substrat métallique de grande superficie (de l'ordre de 5 mètres carré dans les cas étudiés).

Chapitre IV : Partie expérimental

Du dépôt céramique provoquant des microfissurations lesquelles sont rédhibitoires dans le cadre de notre application [4], [5]. De plus, ces techniques requièrent des équipements complexes et onéreux, qui ne sont pas simples à adapter aux traitements de surfaces. Il existe de multiples post-traitements effectués après projection thermique afin d'obstruer la porosité des couches comme par exemple la vitrification par laser ou faisceau d'électrons. Cependant ces procédés peuvent induire localement des contraintes thermiques importantes au sein de grandes dimensions.

Interaction Un émaillage de la structure métallique du four permettrait d'obtenir un revêtement empêchant toute entre l'environnement du réacteur et les internes métalliques revêtus. Le différentiel de coefficient de dilatation existant entre ce dépôt et le substrat est important. De ce fait, les émaux ne peuvent accommoder correctement les contraintes thermomécaniques élevées de notre procédé. Il en résulte une délamination de l'émail.

IV .3.1 Protocoles expérimentaux

IV .3.2 Descriptif des échantillons :

Pour cette étude, les substrats en acier inoxydable 304L sont des pions, représentatifs des géométries à recouvrir, de 26 mm de diamètre avec un rayon de courbure de 2 mm sur la face supérieure et de 6 mm d'épaisseur ayant préalablement subi un traitement de sablage avec des particules de corindon blanc de 250 μm de diamètre moyen en vue d'obtenir une rugosité moyenne de l'ordre de 3 μm .

Pour garantir l'ancrage mécanique du dépôt de céramique, une sous-couche métallique intermédiaire à base nickel (de type Ni-Al 5%) de 100 μm d'épaisseur moyenne est élaborée préalablement par projection à la flamme supersonique.

Pour élaborer les dépôts d'alumine de 200 μm d'épaisseur moyenne par projection plasma, une poudre d'alumine alpha de distribution granulométrie comprise entre 5 μm

(d₁₀) et 22 μm (d₉₀) (Medicoat , France) a été retenue. Ce choix est fondé sur des études antérieures menées par Bérard et al [8].

IV .3.3 Protocole d'analyse:

Les trois bancs de caractérisation décrits ci-après permettent de simuler les contraintes thermiques, électriques et chimiques auxquelles est soumis le système lors d'un fonctionnement en mode dégradé. [41]

IV .3.4 Caractérisation de la rigidité diélectrique

La rigidité diélectrique est caractérisée par la mesure de la tension de claquage de la couche projetée au moyen d'un appareillage électrique capable de fournir une tension alternative maximale de 2000 V à une fréquence de 50 Hz. La connexion est assurée au moyen d'une pointe métallique offrant un rayon de courbure à son extrémité de l'ordre 0,2 mm appliquée sous une charge constante à la surface de la couche céramique. La valeur moyenne de la tension de claquage est calculée sur la base de 5 mesures. La tension est augmentée progressivement et l'intensité est relevée par l'intermédiaire d'un micro-ampèremètre.

IV .3.5 Sollicitations thermiques par tests de vieillissement

Le vieillissement est réalisé dans un four sous air. Le but de ces essais est de reproduire un procédé où les températures de peau du système sont de 350°C et qui fonctionnent sur de longues durées

Une première série d'échantillons est soumise à une température de 350°C pendant 400 heures et une seconde série à une température critique de 500°C pendant 500 heures. Pour cette seconde série d'essais, les conditions expérimentales fixées correspondent respectivement à la température maximale atteinte sur la surface interne des parois métalliques et au temps d'un essai longue durée laboratoire. Elles sont comparables à celles fixées lors des essais à l'échelle 1.

IV .3.6 Sollicitations thermiques par tests de chocs thermiques

Ce banc permet d'estimer simultanément la tenue de matériaux solides d'une part en cycles thermiques (différentiel de température donné obtenu par une montée en température rapide suivie d'une trempe avec un jet d'air comprimé) et d'autre part, en flux thermique imposé. Les puissances imposées sont centrées sur 0,5 MW/m² et au maximum atteignent 1 MW/m². Ce banc utilise des gaz comburants (air, oxygène) et combustible (propane).

IV .3.7 Résultats et discussion

Des tests ont été effectués sur 3 échantillons inox revêtus d'un dépôt alumine projeté par plasma. Ceux-ci ont été réalisés dans des conditions différentes de traitement thermique.

La mesure de rigidité diélectrique des dépôts bruts de projection et imprégnés en milieu sec donne des tensions de claquage égales ou supérieures à 2000 V. Les différences de tension de claquage en milieu sec et en milieu humide sont significatives, comme nous pouvons le voir sur le tableau ci-après.

Le post traitement thermique d'imprégnation à 350°C pendant 20 heures permet d'obtenir un dépôt avec une rigidité diélectrique pratiquement deux fois supérieure à un dépôt imprégné ayant subi un traitement thermique à trois paliers isothermes d'une durée respective de deux heures (paliers à 100, 200 et 300°C). En effet, ces paliers de courtes durées ne permettent pas d'obtenir la cinétique chimique nécessaire à la solution et au dépôt d'alumine pour réagir de façon à s'infiltrer dans les pores du dépôt d'alumine.

Tableau. IV .6 : Tension moyenne de claquage de dépôts d'alumine brut de projection et imprégnés par une solution au phosphate d'aluminium

	En milieu Sec (Volts)	En milieu humide (Volts)
Dépôt d'alumine brut de projection	≥ 2000	641
Dépôt d'alumine après une imprégnation au Phosphate D'aluminium avec un traitement thermique de trois paliers isothermes à 100, 200 et 350°C pendant 2 heures chacun	≥ 2000	976
Dépôt d'alumine après une imprégnation au phosphate D'aluminium traité thermiquement avec un palier isotherme à 350°C pendant 20 heures	≥ 2000	1708

IV .3.8. Résultats et discussion Vieillessement:

Les deux séries (400 heures à 350°C ou 500 heures à 500°C) d'essais donnent des résultats identiques. Les tensions de claquage, en milieu sec, des dépôts d'alumine imprégnés au phosphate d'aluminium n'ont pas variées après un cycle thermique de 400 heures à 350°C ou de 500 heures à 500°C.

IV .3.9. Chocs thermiques à la flamme oxyacétylénique

Une délamination totale à l'interface sous-couche d'adaptation métallique / dépôt d'alumine imprégné au phosphate d'aluminium est observée après seulement 1 ou 2 cycles thermiques à 850°C. Ainsi, le traitement d'imprégnation diminue considérablement la résistance aux chocs thermiques à 850°C. Cela, s'explique aisément en raison de la structure des différents dépôts.

Les revêtements bruts de projection présentent une microstructure poreuse complaisante aux chocs thermiques. De plus, le processus de microfissuration peut être directement stoppé par la porosité présente consécutivement à la diminution du facteur d'intensité de contrainte. Le fait d'obtenir cette architecture poreuse par imprégnation ne permet plus l'accommodation des contraintes engendrées par les sollicitations thermiques. De plus, la propagation de microfissures n'est pas freinée. [41]

Pour cette seconde série d'essais, le flux thermique est augmenté de 0,4 à 0,5 MW/m² et la température maximale du cycle thermique est inférieure à 650°C.

Après 10 cycles thermiques il existe donc une altération des propriétés du dépôt imprégné. L'étanchéité de l'assemblage n'est plus garantie puisque la tension de claquage des échantillons est inférieure à 500 V en milieu humide.

IV .3.10. Conclusion

Cet article décrit les protocoles mis en œuvre pour quantifier l'évolution de la rigidité diélectrique de dépôts d'alumine élaborés par projection thermique et imprégnés par du phosphate d'aluminium, en fonction de sollicitations thermiques et de la distribution granulométrique de la poudre utilisée pour élaborer les dépôts.

L'imprégnation au phosphate d'aluminium d'un dépôt d'alumine est une solution efficace pour renforcer l'isolation électrique des structures métalliques et pour créer une barrière de diffusion à haute température face aux liquides et gaz corrosifs. En effet, ce procédé permet de combler la porosité ouverte interconnectée et évite la percolation de ces effluents au sein du dépôt et une délamination à l'interface alumine / sous-couche métallique. Notre application impose aux revêtements des propriétés physico-chimiques spécifiques lors de fonctionnements nominaux ou dégradés.

Dans le cadre de ces études, trois bancs d'essais permettent de caractériser les propriétés intrinsèques des échantillons introduits. Ainsi les conséquences de chaque contrainte (thermique, électrique et chimique) sur les propriétés du matériau sont identifiées et analysées. Par ailleurs, cette procédure de caractérisation permet également de cumuler les contraintes appliquées au matériau. Le couplage ne s'effectuant pas simultanément,

Les effets des contraintes sont donc respectivement identifier.

IV .4.... 4emeArticle

IV .4.1. INTRODUCTION

Ces dernières années, de nombreux travaux ont été consacrés aux aluminures de nickel, non seulement en tant que matériaux massifs, mais également comme revêtement, du fait qu'ils présentent une combinaison attrayante de propriétés physiques et mécaniques comprenant une haute température de fusion, une dureté élevée, une faible densité, et surtout une bonne tenue à l'oxydation et à la corrosion. Ce qui les place parmi les matériaux les plus utilisés pour des applications à hautes températures [43]. Outre cela de récentes recherches. [42]

à la corrosion à hautes températures (intermétalliques) et à l'usure (carbures, borures, oxydes...etc.). Dans le cas des revêtements à base de Ni-Al, la réaction exothermique entre le nickel et l'aluminium produit la fusion et la soudure partielles entre le revêtement et le substrat, améliorant ainsi l'adhérence du revêtement au substrat.

Les revêtements obtenus par projection plasma de poudres de Ni-Al à différentes compositions ont été étudiés par Sampath et al . Ils ont signalé que les revêtements contiennent des oxydes de Ni et d'Al en plus de la solution solide Al-Ni. Une réaction chimique entre les différents éléments se produit pendant l'envol des particules dans la flamme d'APS.

IV .4.2. MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES IV

.4.2.1.Préparation des échantillons

Les poudres ont été pulvérisées sur trois nuances d'acier : 55NCDV7, Z60CDV5 et 316L. Les substrats ($60 \times 25 \times 1.5 \text{ mm}^3$) ont été préalablement dégraissés avec de l'acétone et grenailé par projection de particules de corindon de $500 \mu\text{m}$ sous une pression de 3 bar. Après sablage, les substrats ont une rugosité (Ra) de l'ordre de $08-09 \mu\text{m}$

Trois échantillons en acier inoxydable ont été revêtus préalablement par une couche de nickel par pulvérisation cathodique. Un dispositif spécial a été conçu afin d'assurer la projection de la poudre sur tous les échantillons placés sur un cylindre en rotation. Les mélanges de poudres étudiés sont constitués de poudre à base de NiAl avec une granulométrie - 90+45 μm et des additions de WC , TiC, SiC, MgO (Tab. 1).

Tableau. IV .7 : Compositions en poids des revêtements.

Revêtement	NiAl	NiAl+5% TiC	NiAl+5% WC	NiAl+5% SiC	NiAl+5% MgO
Code	NA	NA5T	NA5W	NA5S	NA5M

Les mélanges ont été étuvés préalablement à 80°C pendant 08 heures. Un mélange des gaz Ar/H₂ a été employé comme gaz carburant, la projection plasma a été réalisée sur un équipement de type F4-HB SULZER METCO dont les conditions de projection sont données par le tableau 2.

Tableau. IV .8 : Paramètres de projection plasma des revêtements.

Parameters de projection	Valeur
Intensité de courant	600A
Tension	70V
Pression Ar	4.8Bar
Pression H ₂	7.5Bar
Distance projection	140mm

IV .4.3.Essai de fatigue thermique

Le schéma du band d'essai de fatigue thermique est présenté par la figure 1. L'éprouvette de dimensions 60 x 05 x 1,5 mm³ est chauffée de manière continue par effet Joule suite au passage d'un courant, alors que son refroidissement se fait à l'air libre. Un régulateur-programmateur permet de fixer les limites maximales et minimales de la température au cours du chauffage et de refroidissement. Les caractéristiques du montage permettent d'assurer un chauffage de 100°C à 800°C en quelques secondes. [44]

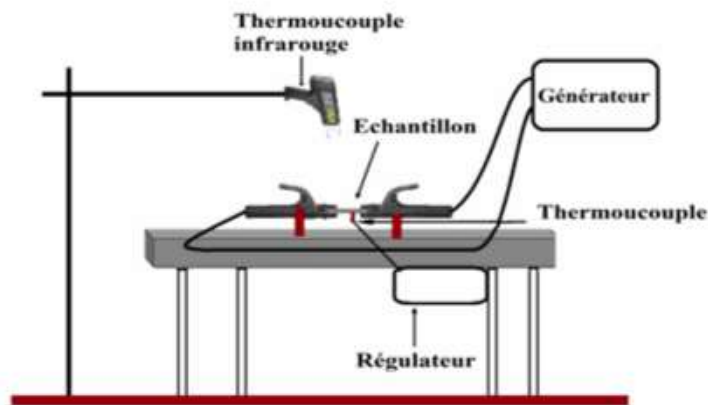


Figure IV.9 : Paramètres de projection plasma des revêtements.

IV .4.4. Essai de fatigue thermique

Le schéma du banc d'essai de fatigue thermique est présenté par la figure 1. L'éprouvette de dimensions $60 \times 05 \times 1,5 \text{ mm}^3$ est chauffée de manière continue par effet Joule suite au passage d'un courant, alors que son refroidissement se fait à l'air libre. Un régulateur-programmateur permet de fixer les limites maximales et minimales de la température au cours du chauffage et de refroidissement.

Les caractéristiques du montage permettent d'assurer un chauffage de 100°C à 800°C en quelques secondes.

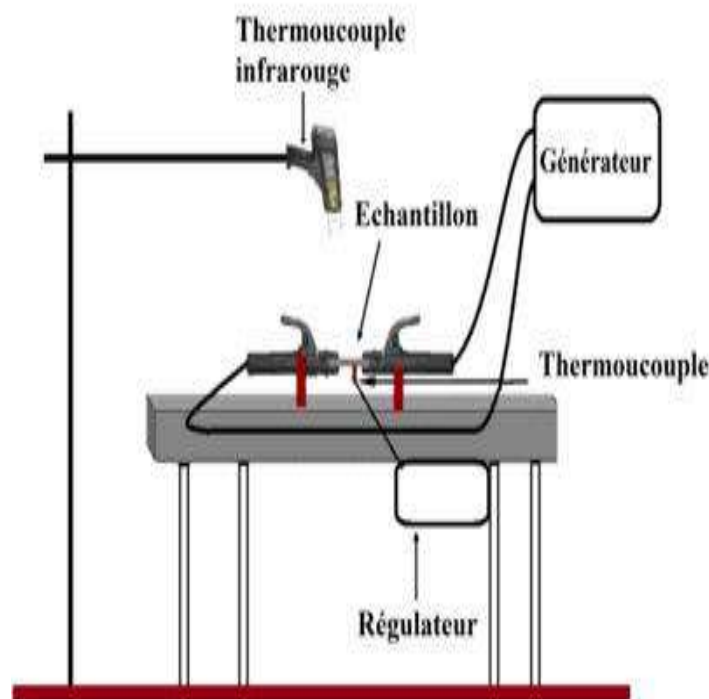


Figure IV.10 : Vue générale du banc d'essai de fatigue thermique.

IV .4.5.Essai d'érosion

Les tests d'érosion ont été menés à température ambiante et en imposant un angle d'incidence de 90° entre le flux des particules en sable et la surface des échantillons

à éroder , celle-ci est soigneusement placée sur une surface plate afin d'assurer des mesures appropriées (Fig11), L'érosion des échantillons est évaluée par la perte en masse au centre des échantillons, soit la région la plus soumise à l'érosion.

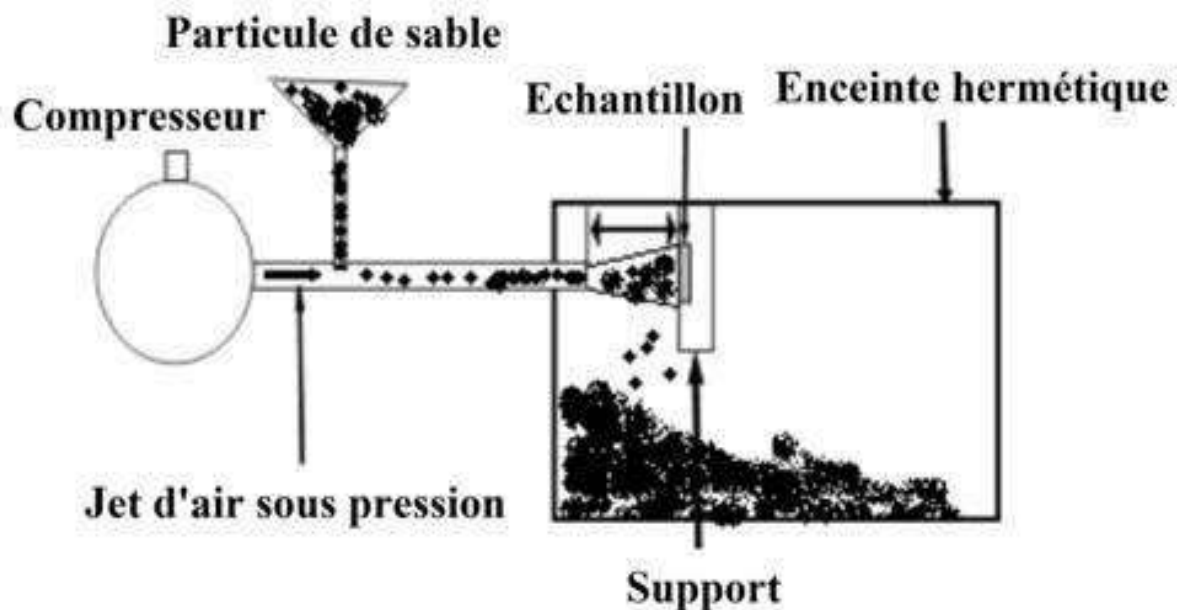


Figure IV/11:Vue simplifiée du dispositif d'érosion

La taille des particules du sable est de l'ordre de $54 \mu\text{m}$ et la pression de l'air utilisé est de 2 bars. La perte de masse des échantillons en fonction de la masse du sable permet de déterminer le taux d'érosion des revêtements. Ainsi, avant chaque essai les échantillons sont nettoyés en acétone, séchés, pesés à une précision de 0,001 g en utilisant une balance électronique de type KERN PCB. Les échantillons sont érodés sur le banc d'essai et pesés après consommation de 100 g de sable. L'opération est renouvelée 3 fois.

IV .4.6.Caractérisation des revêtements

Les structures cristallines des poudres de départ et des revêtements ont été caractérisées par diffraction des rayons X (DRX) sur un diffractomètre de type Philips PA Nalytical X "Pert PRO utilisant un rayonnement Cu-K α . La microscopie électronique a été mise à profit pour l'étude des microstructures des revêtements.

IV .4.7. Résultat Et Discussion Formation de la structure lors de la projection plasma de poudre à base de NiAl

La figure 10a présente les diffractogrammes de la poudre de départ et du revêtement NA obtenu par projection plasma. La poudre se compose d'une phase majoritaire qui est le nickel, et d'une phase minoritaire l'aluminium. Par contre, le spectre de diffraction du revêtement révèle la présence de deux principaux constituant le nickel (α -Ni) et l'intermétallique Lo (NiAl). Ces deux phases (α -Ni) et NiAl ont été déjà identifiées comme phases principales dans le revêtement Ni5Al par S. Deshpande et B. Movahedi [11].

Cependant, aucun pic de l'aluminium n'a été détecté. Une partie de cette phase a été transformé en intermétallique, et l'autre partie a été oxydée avec formation de l'alumine. [46]

Les oxydes Al_2O_3 et NiO identifiés dans tous les revêtements élaborés sont dus au phénomène d'oxydation en vol lors de la projection plasma.

Bien que révélé par des travaux précédents [14], le composé intermétallique de nickel Ni_3Al n'a pas été trouvé, dans notre cas. L'oxydation des composés intermétalliques de NiAl au cours de la projection plasma est un phénomène inévitable, cette dernière peut affaiblir le lien entre les particules, ce qui se traduit par une chute de la dureté et d'autres caractéristiques du revêtement.

Pour le revêtement NA5T contenant 5% Pds TiC, aucune interaction entre le carbure de titane et l'intermétallique Ni5Al n'a pu être détectée par diffraction des RX. Comme on peut le constater sur la figure 3b, les résultats confirment ceux de S.Economou et al [15]. On retrouve les principaux pics, c'est-à-dire les pics de Ni, NiAl en plus des pics de TiC. NiO et Al_2O_3 ont été identifiés comme dans le cas précédent.

Les spectres de diffraction des rayons X de la poudre et du revêtement NA5W sont présentés par la figure 3c. La poudre se compose de Ni, Al, WO₃ et WC. L'analyse par diffraction des RX du revêtement NA5W révèle la présence des pics de α -Ni et Ni₃Al en tant que phases principales.

L'intermétallique Ni₃Al comme sa température de fusion élevée [46] pourrait améliorer sensiblement la tenue à haute température du matériau.

Dans notre cas le pic de W₂C confirme un début de décarburation du monocarbure de tungstène, phénomène observé préalablement [45].

Les figures 3c, 3d, et 3e montrent les diffractogrammes des revêtements de NA5W, NA5S, NA5M. Les pics de α -Ni et NiAl ont confirmé le caractère prédominant de ces phases dans la structure des revêtements étudiés.

IV .4.8. Microstructure des revêtements

Les microdéfauts dans les revêtements, tels que les pores, les microfissures et les particules non fondues sont le produit de différentes sources, selon les paramètres de pulvérisation. Par exemple, les gaz emprisonnés dans la masse métallique sont à l'origine de la formation d'une porosité fermée.

D'autre part, le rétrécissement des lamelles lors de la solidification peut être considéré comme une source de fissuration [38].

Des fissures et des cavités sont mises au jour entre les couches déposées. Quelques régions de microsoudure à l'interface de revêtement-substrat sont également observées attestant que l'adhérence substrat-revêtement n'est pas uniforme. Ces images mettent en évidence des inclusions d'oxydes (sombre) dans la phase métallique (claire) et une quantité de défauts inter et intra lamellaires dans le revêtement (Fig14).

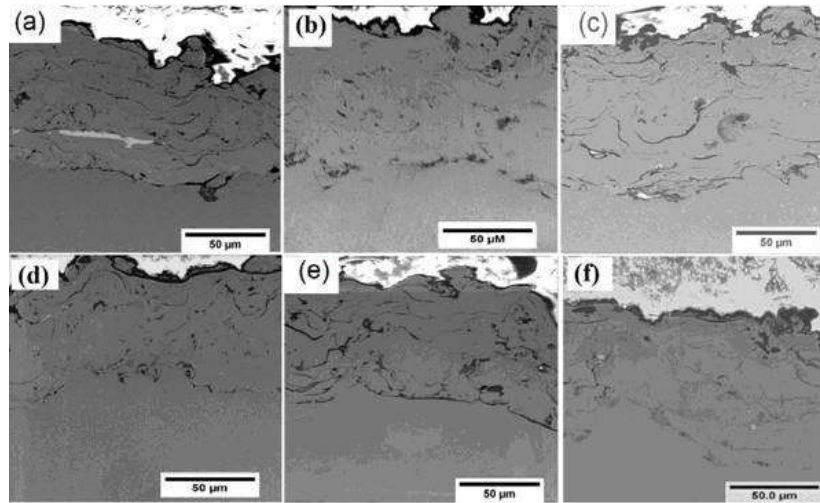


Figure IV.13 :Microstructures des revêtements. (a)NA, (b) NA5T, (c)NA5W, (d) NA5S, (e) NA5M, (f) NA5T avec une couche de nickel.

Des fissures le long de l'interface substrat-revêtement dues probablement à la disparité du coefficient de dilatation thermique des substrats et des matériaux des revêtements, conduiraient à un abaissement de l'adhérence.

Cette image est obtenue par la fonction seuillage, la fraction de dimension des particules a été estimée grâce à la fonction «analyse des particules ». L'appréciation de la porosité des dépôts par traitement d'images montre un pourcentage important des pores de petite taille[46].

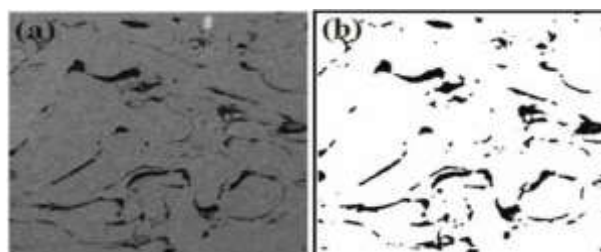


Figure IV.14 :Images typique du revêtement. (a) avant analyse par image J.
(b) avec analyse par image J

La figure 6 présente la distribution de grandeurs des pores des dépôts en fonction de leur pourcentage. Nous constatons que les tailles de pore des revêtements ont la distribution continue dans l'intervalle considéré.

Les revêtements NA et NA5M ont presque le même pourcentage de pores de l'ordre de 7,8% pour des tailles de pores qui se situent entre 0.05 et $0.1\mu\text{m}^2$, alors que celle du revêtement NA5S est de 32,36 % pour le même intervalle.

Nous pouvons retenir aussi que le revêtement NA5M a une porosité cumulative importante de 41,84 %, pour tous les pores dont les tailles dépassent $0,1\mu\text{m}^2$, alors que celle du revêtement NA est de 26,46 % et celle du revêtement NA5W est seulement 16,7 %. En fait, L'existence d'un pourcentage important des microfissures et des micropores peut évidemment améliorer les propriétés mécaniques, telles que la dureté [45]. La porosité totale de ces revêtements se situe dans l'intervalle 0.92-2.98%, les valeurs obtenues de porosité sont acceptables.

Le taux d'oxydes dans les dépôts d'acier a été apprécié grâce au traitement de l'image décrit précédemment, les résultats sont rassemblés dans le tableau 3.

Tableau. IV .9 : Teneur en oxydes des différents revêtements.

Type de Revêtements	NA	NA5T	NA5W	NA5S	NA5M
% oxide	2.49	1.46	1.92	1.82	4.24

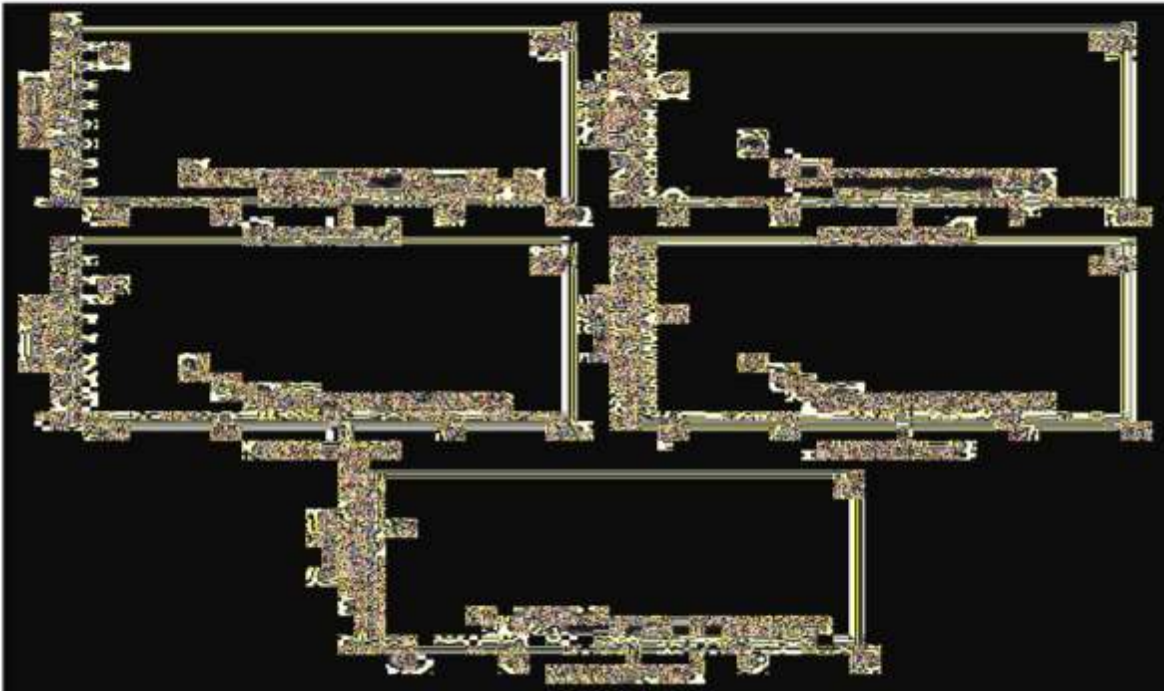


Figure IV.15 : Distribution de la surface des pores en fonction de leur pourcentage. (a) revêtement NA, (b) revêtement NA5T, (c) revêtement NA5W, (d) revêtement NA5S. (e) revêtement NA5M.

On remarque une évolution significative du taux d'oxydes en fonction de la nature de l'addition. Le revêtement NA5T montre une faible quantité d'oxydes, comparé au revêtement de base NA, par contre le revêtement NA5M contient plus d'oxydes. La figure 16 montre que le revêtement NA5M est le plus poreux. La microstructure est plus grossière et comporte des pores en grande quantité. Par contre, le dépôt NA5S comporte moins de pores. [48]

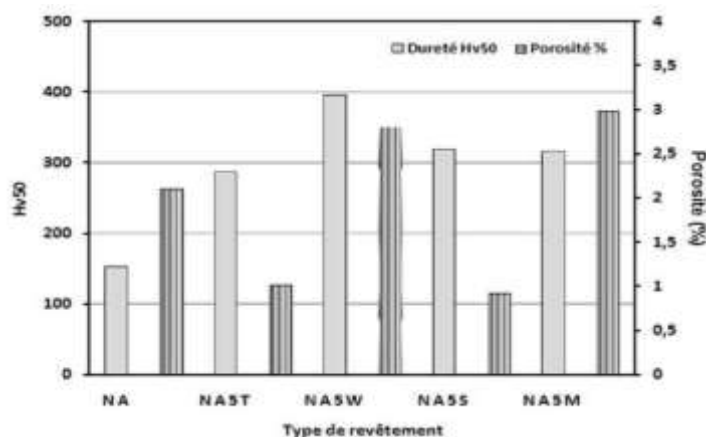


Figure IV.16 : Histogrammes comparatifs illustrant la microdureté et la porosité des revêtements

IV .4.9.Dureté du revêtement

Les résultats des mesures de la microdureté et le pourcentage de la porosité des

dépôts des cermets de différentes compositions sont présentés par la figure 14.

On remarque une légère amélioration de la dureté des dépôts contenant des carbures par rapport au dépôt de référence NA.

Les valeurs de dureté des revêtements varient dans la gamme de 151-396 Hv. le revêtement NA5W contenant 5%WC présente la dureté Vickers la plus élevée avec une valeur moyenne de 396 Hv50 dépassant celle du revêtement .

La porosité dégrade généralement les propriétés mécaniques des matériaux.

Une teneur importante en défauts (fissures , porosité) conduit à une altération des caractéristiques mécaniques [21], ce qui conforte nos résultats

L'influence claire de la porosité sur ces propriétés dépend de la taille de pore et de leur morphologie. En général, L'augmentation de la porosité a comme conséquence la diminution de la dureté de revêtement.

IV .4.10.Comportement tribologiques des revêtements Coefficient de frottement

Le comportement tribologique des revêtements étudiés est étroitement lié à leur composition.

La figure 8 présente les courbes de variations du coefficient de frottement des revêtements NA, NA5T, NA5W, NA5S et NA5M en fonction de la distance de glissement lorsque le test est réalisé avec une bille en Al₂O₃, sous une charge normale de 5N et à température ambiante. Tous les échantillons montrent une évolution similaire du coefficient de frottement, caractérisée comme une augmentation initiale, suivie par un état d'équilibre due à l'usure d'aspérités et de la formation des débris.

De ce fait, la présence de ces particules réduit la surface de contact de la surface réelle entre les couches de revêtement et la bille en alumine ce qui en conséquence diminue la valeur du coefficient de frottement. Ces observations confortent celles faites par M. Jafari et al [40]

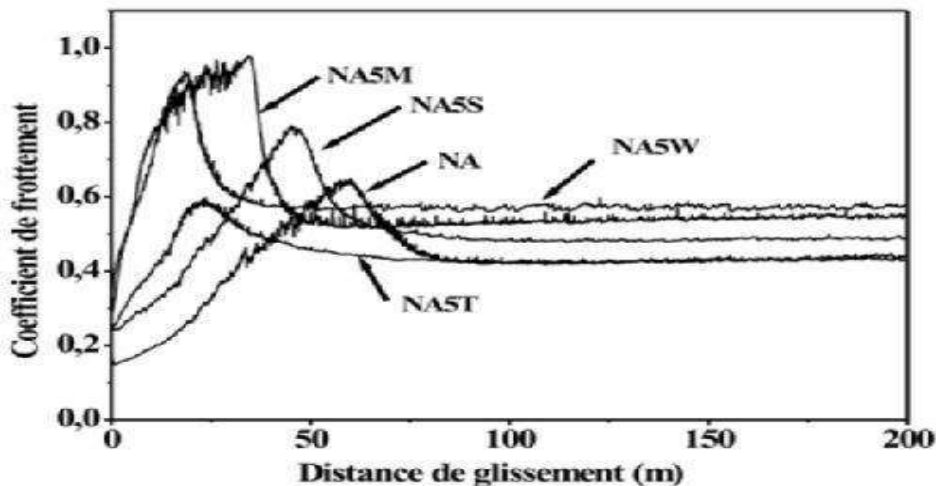


Figure IV.17 : Evolution du coefficient de frottement des revêtements en fonction de la distance de glissement.

Le revêtement NA5W possède le coefficient de frottement plus élevé, ceci est probablement dû à sa dureté relativement élevée.

On peut aussi expliquer la valeur élevée du coefficient de frottement du revêtement NA5M, par la présence d'oxydes de MgO dont la mouillabilité par le nickel et ces alliages demeure très faible ($\Theta = 152$) [23].

Ceci pourrait être l'explication à la fréquence de la formation de débris et de leur élimination dans un processus cyclique plus long en comparaison avec les autres revêtements.

Pour une meilleure compréhension du frottement et des mécanismes d'usure des revêtements étudiés, les surfaces usées des revêtements ont été examinées par microscopie électronique à balayage. Suivant les indications de la figure 19, les micrographies des surfaces usées pour les revêtements NA, NA5T, NA5W, NA5S et NA5M obtenus par projection plasma nous permettent de mettre au jour le mécanisme de dégradation prédominant.

L'observation des microstructures montre que les revêtements accusent une déformation plastique locale illustrée par des traces d'usure, des sillons et des éraflures d'usure. La charge appliquée à la bille cause un effet abrasif sur la surface des revêtements.

La composition chimique des revêtements étudiés influence sensiblement la déformation plastique des revêtements lors de l'essai d'usure. Les particules dures rayent la surface et accélèrent l'usure. On peut clairement observer les éraflures provoquées par la bille en alumine (Fig 19).

La surface usée du revêtement NA présente un faciès plus lisse comparé à la surface du revêtement non dégradé du fait du frottement et de l'usure.

En outre, on note la présence de fissures transversales par rapport à la direction de glissement. Il est bien connu aussi que la bille en Al_2O_3 utilisée possède une dureté

plus élevée que celles des revêtements étudiées. De ce fait, au début du processus de frottement et sous la pression de la charge appliquée, les aspérités dures de la bille pénètrent dans la surface du revêtement et enlèvent les parties les plus douces du revêtement NA, conduisant à la formation d'une surface rugueuse représentée sur la figure 17a et b. Une partie peut être donc retenue sur la surface usée rugueuse, sous l'effet de la contrainte cyclique en cours de frottement, alors qu'une autre partie du revêtement est détachée et se transforme en débris d'usure et répartis le long de la direction de glissement.

La microstructure de la surface usée du revêtement contenant MgO (Fig.19c) montre une usure adhésive liée à la déformation plastique de la surface du revêtement. Les images révèlent des particules écaillées dues à l'usure des couches du revêtement. Comme souligné précédemment, les revêtements obtenus par projection plasma ont une structure lamellaire typique caractéristique de ce type de revêtement. Pendant le glissement, les couches sont déformées plastiquement et par la suite séparées de la surface.

Les couches de revêtement séparées accompagnées des aspérités de la bille adhérentes à la piste d'usure du revêtement. Pendant que l'essai continu, les couches adhérentes sont graduellement enlevées de la surface du revêtement due au glissement répété.

Considérant que ce revêtement souffre de plus d'oxydation, la présence de la phase Al_2O_3 diminue l'adhérence entre les couches du revêtement; ceci cause l'arrachement des couches plus facilement de la surface du revêtement et les dommages par conséquent seront plus graves pour le revêtement.

La dureté élevée du revêtement NiAl+5%WC augmente la résistance à l'écoulement du revêtement et empêche sa déformation, donc la nucléation et la propagation de fissure sont réduites ou éliminées et le décollement des particules par usure n'aura par conséquent pas lieu. En outre, un autre point vue peut être évoquée selon lequel le système offre une résistance à l'usure améliorée, du fait de la physico-chimie extérieure du revêtement. Ainsi la présence de WO_3 peut être considéré comme une lubrification et diminue le coefficient de frottement et évite l'usure adhésive. Ceci a été déjà évoqué dans de précédents travaux [24].

La surface usée présente des détachements et des éraflures continues et discontinues (Fig. 19d).

Ceci pourrait être provoqué par action de micro découpage et de cisaillement de la surface dure protubérance de la bille Al_2O_3 à la surface du revêtement.

En outre, la température instantanée locale à l'interface entre le revêtement NA et la bille de Al_2O_3 peut être suffisamment haute pour ramollir les aspérités en contact et causer leur déformation sous l'effort initial de contact élevé.

La déformation plastique à l'interface pourrait contribuer aussi à l'atténuation de la fatigue de contact et donc de réduire l'usure du couple de frottement.

Cependant, avec l'application de la charge, les débris résultants de l'usure ou troisième corps pourraient labourer le revêtement et provoquer le détachement d'autres particules du revêtement et engendrer une dégradation plus sévère.

Ce qui se traduit par une élévation du coefficient de friction (Fig. 18).

Les fluctuations de coefficient de frottement du revêtement NA5W et NA5M dans le processus de frottement de rodage (Fig.16) confirment cette hypothèse.

Les stries formées sont plus fines que celles formées des autres revêtements. La

surface usée du revêtement NA5T montre des signes de déformation plastique, des fractures de fatigue, ceci est le résultat, d'une part, des débris d'usure détachés du revêtement et de la bille qui agit comme particules abrasives conduisant à une usure par abrasion; en plus l'effort cyclique a comme conséquence la rupture par fatigue du revêtement. En outre, il semble que le mécanisme de dégradation du revêtement est dominé par une fracture de fatigue et l'usure par abrasion, bien que la déformation plastique pût également avoir un rôle important comme on peut le constater sur la figure 9e [23].

Donc la déformation plastique à l'interface a pu contribuer pour soulager l'effort de contact et par conséquent réduire l'usure du coefficient de frottement.

La surface usée du revêtement NA5S présente de profondes rainures formées sur la piste d'usure, Des débris d'usure et de cavités ont été nettement observés sur la surface de ces échantillons (Fig. 12f).

En outre, l'observation détaillée de l'échantillon utilisé met au jour des déformations plastiques locales illustrées par des sillons et des jonctions adhésives.

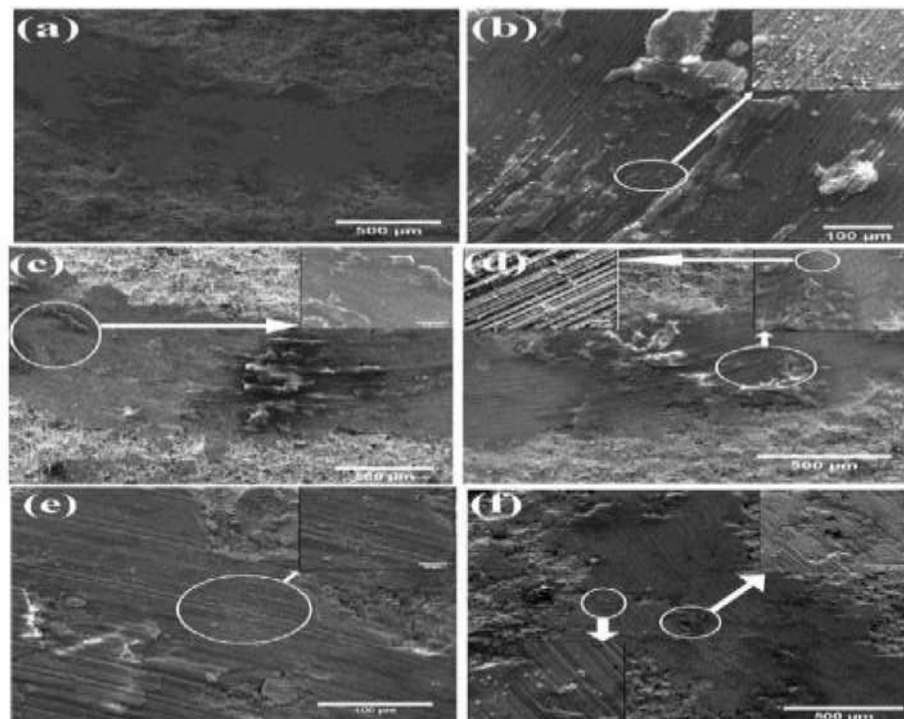


Figure IV.18 :Etat de surface des revêtements après essais de frottements: (a), (b) : NA; (c) : NA5M;(d) : NA5W ;(e) : NA5T ;(f) : NA5S.

IV .4.11.Résultats des tests d'érosion

L'érosion des revêtements obtenus par projection plasma de structure lamellaire se

produit par l'effritement des lamelles extérieures résultant de l'impact des particules abrasives.

La dégradation du revêtement lors du test d'érosion se fait principalement par la propagation des fissures le long des interfaces, c.-à-d., la liaison d'interface entre les lamelles. Par conséquent l'érosion des revêtements sera régie par l'interface et l'épaisseur de lamelle.

La(figure 18)montre l'effet de la masse cumulative d'érodent sur la perte en masse des revêtements. À partir de cette figure, on constate qu'il y a deux régions distinctes pour tous les revêtements. La première région correspond à une perte progressive de masse, où la pente de la courbe illustrant la perte de la masse par érosion est importante.

Ceci peut être expliqué par la présence des aspérités développées qui sont facilement aplaties à la surface des revêtements. Dans La seconde région, la pente de la courbe d'érosion devient pratiquement constante.

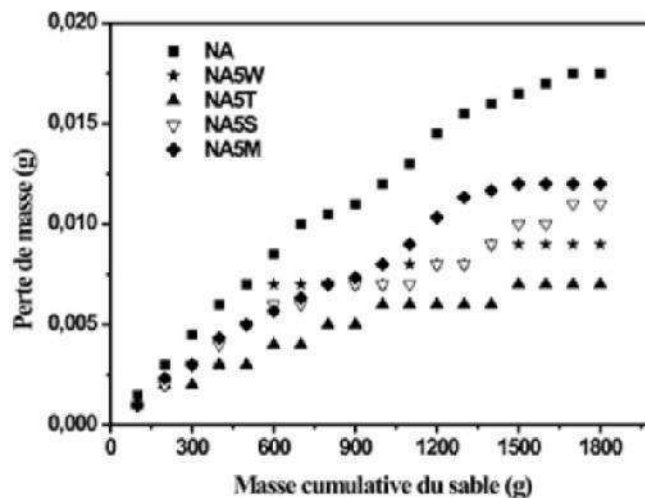


Figure IV.19 :Évolution de la perte de masse des revêtements en fonction de la masse de sable projeté.

Les pertes de masse sont plus importantes que dans le cas des autres revêtements. On peut expliquer cela par la plus grande ductilité du revêtement NA par rapport aux autres revêtements.

Par ailleurs, nous pouvons remarquer, que l'amplitude de la dégradation ou perte de masse est d'autant plus marquée dans la première région en raison de la présence d'une rugosité forte.

Le comportement à l'érosion des revêtements étudiés est montré par la figure 13. Le revêtement de base NiAl sans addition accuse un taux d'érosion maximal comparé aux autres revêtements.

Ainsi, la résistance à l'érosion du revêtement NA5T contenant 5%TiC est améliorée d'environ deux fois par rapport au revêtement de base. [48]

A premier abord, on peut retenir que les revêtements ayant une dureté élevée montrent une meilleure résistance à la dégradation par érosion, c'est le cas des revêtements NA5T, NA5W, NA5S, NA5M (Fig. 21) dont le taux d'érosion est relativement faible.

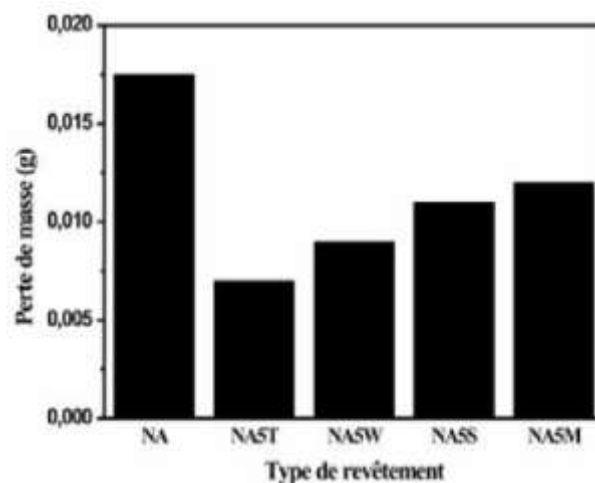


Figure IV.20 : Histogrammes comparatifs du taux d'érosion des revêtements

Il faut cependant noter que parmi ces revêtements, celui contenant MgO accuse un taux d'érosion relativement plus élevé.

A notre avis, ce comportement trouve son explication dans le fait que la structure du revêtement contenant MgO est poreuse. Ce qui est en accord avec les résultats de V.

Fervel et al [38] qui rapporte que plus le revêtement est poreux, plus la vitesse d'érosion est grande.

On peut constater d'après les figures 8 et 12 que les taux d'érosion les plus élevés correspondent en général à une dureté faible et l'existence d'une porosité élevée. Des résultats semblables pour la dureté et la porosité des revêtements de barrière thermique en céramique ont été rapportés par Davis et al [41].

Cependant, S.B. Mishra et al [42] ont signalé que la dureté ne contribue pas directement à l'amélioration de la résistance à l'érosion, même si les taux d'érosion

observés dans cette étude demeurent faibles et comparables à ceux obtenus par Davis et al [39].

L'érosion des revêtements à structure lamellaire obtenus par projection plasma se produit par la dégradation des lamelles extérieures suite à l'impact des abrasifs.

La figure 19 montre les macrographies des revêtements après le test d'érosion. Pour tous les échantillons, l'érosion commence dans la partie centrale, et se propage par la suite vers les bords des échantillons en formant un affaissement circulaire. Les micrographies des échantillons érodés indiquent clairement trois zones, une zone centrale d'où la majeure partie du matériel a été érodée, une deuxième zone plus claire et légèrement dégradée et enfin une troisième région extérieure pratiquement sans érosion.

On note aussi que toutes les surfaces érodées montrent des signes de déformation plastique.

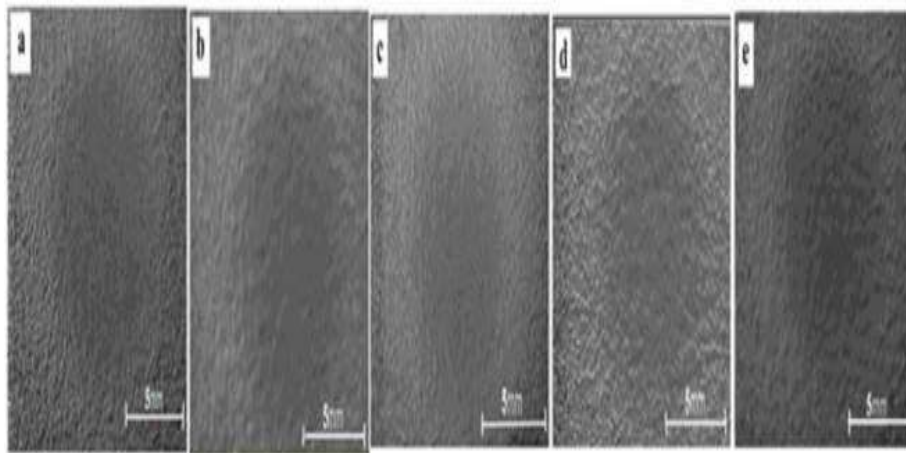


Figure IV.21 :: Photographies des revêtements érodés. (a) NA, (b) NA5T, (c) NA5W, (d) NA5S, (e) NA5M.

Le façonnage de la surface par des particules de silice, commence d'abord par la formation de sillon, qui, par répétition des impacts des particules dures, engendre l'apparition de plaquettes fortement déformées. Ces mêmes zones se dégradent par la suite, sous l'effet des particules.

Certains travaux stipulent que l'énergie cinétique des particules peut favoriser d'une façon significative le chauffage de la surface du revêtement, ce qui d'une part peut engendrer la fermeture des fissures pendant l'érosion, et d'autre part, une partie de cette énergie est stockée dans le revêtement sous forme de dislocations et d'autres imperfections cristallines [28-30].

Une analyse des photographies montre qu'après érosion, la surface des revêtements est plus régulière. Ceci est confirmé par la diminution de la rugosité (Ra) comme le montre le tableau 4.

Tableau. IV .10 : Rugosité Ra avant et après le test d'érosion.

Revêtements	Rugosité Ra(μm) avant érosion	Rugosité Ra (μm) après Erosion
NA	9,17	1,99
NA5T	8,28	2,12
NA5W	9,34	1,78
NA5S	8,58	1,97
NA5M	8,84	2,15

des fissures et une morphologie ébréchée, ce qui confirme le déroulement du Généralement, le processus de dégradation de l'état ductile est caractérisé par un maximum de perte aux bas angles d'impact et la plupart des revêtements métalliques s'éroderont selon ce mécanisme [27].

Le processus de dégradation de l'état fragile s'accompagne par un maximum de perte aux angles à impact élevé, l'érosion se produit alors par fissuration et ébrèchement du matériel extérieur.

L'érosion du revêtement obtenu par plasma ayant une structure lamellaire se produit par effritement de lamelle extérieure résultant de l'impact des particules abrasives. En conséquence, l'érosion du revêtement est régit par la propagation des fissures le long des interfaces, entre les lamelles qui peut être identifié comme une région faible.

La perte de masse s'est produite par un mécanisme de fissuration et d'ébrèchement des morceaux rompus et détachés.

L'aspect des surfaces érodées indique également que les fissures se produisent dans les directions de moindre résistance produisant ainsi des débris d'usure.

La morphologie de la surface érodée au bord indique que la défaillance est due à l'érosion de sable où façonnage et la rupture au niveau des lèvres (Fig.23a) (symbole L) jeu un rôle dominant.

La surface du revêtement soumis à l'érosion subit au début une déformation plastique et suivie d'un détachement des particules à partir de la surface. Le labourage sous l'effet de la déformation plastique se produit suite à l'impact des particules, et se traduit par l'apparition de lèvres ou les arêtes aux rives des cannelures.

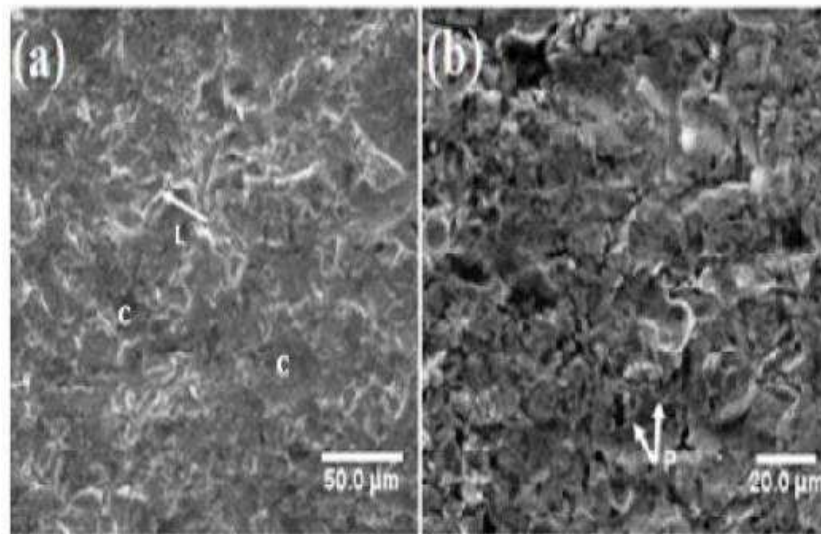


Figure IV.22 : Morphologie de la surface du revêtement NA5T après érosion. (a) bord de la surface érodée. (b) milieu de la surface érodée.

De grandes fosses sont alors visibles (Fig.23a) (symbole C) montrant que des particules solides ont été retirées de cette région.

En raison de l'impact répété des particules, beaucoup de cavités sont formé. La surface au centre de la zone érodée semble par contre aplatie, suite à une déformation plastique intense.

Le labourage de la surface par l'impact de particules aura pour résultat la formation de cannelures.

Il est évident que les impacts répétés par les particules dures de silice a comme conséquence l'apparition de lèvres fracturées ou retirées des rainures suite à une érosion ultérieure, le résultat sera al des plaquettes fortement déformées (Fig.23b) (symbole P).

IV .4.12.Comportement à la Fatigue thermique

Le comportement en fatigue thermique des revêtements peut être lié à leur microstructure et à la nature des phases qui les constituent mais surtout par leur coefficient de dilatation thermique.

On note à premier abord que le meilleur comportement en fatigue thermique a été enregistré sur le revêtement NA5W contenant WC.

En fait, l'aptitude à la dilatation thermique conditionne la contrainte thermique résultant de la disparité de coefficient de dilatation thermique CDT entre le revêtement et le substrat peut ainsi mener à la dégradation, les écarts dans les valeurs du CDT peuvent être responsables de l'échec du revêtement.

La figure 14 présente les résultats des essais de fatigue thermique des revêtements étudiés. L'effet de la composition chimique du substrat sur la tenue au choc thermique peut être expliqué en termes de disparité de CDT.

Ainsi, le substrat en acier inox et le revêtement NA ayant relativement la même

composition chimique n'engendre qu'une faible disparité de CDT.

Par contre, dans le cas des aciers Z60CDV7 et le 55NCDV7 l'écart entre les CDT est élevé. Par conséquent, les contraintes thermiques qui en résultent sont concentrées dans l'interface entre le revêtement et le substrat.

Avec l'exposition des échantillons aux cycles thermiques, ces efforts conduisent à la nucléation et la propagation de fissures dans le revêtement. On peut également mettre au jour l'effet d'une sous-couche de nickel déposée préalablement sur le substrat sur le comportement du revêtement à base de NiAl. On peut noter qu'en présence de ce dépôt de nickel le revêtement présente une meilleure résistance à la fatigue thermique, comparé au revêtement NA n'ayant pas été préalablement revêtu de nickel.

Les revêtements à base de NiAl avec sous couche de nickel se dégradent après 285 cycles thermiques. Les revêtements sans sous couche de nickel sont détérioré après 101 cycles.

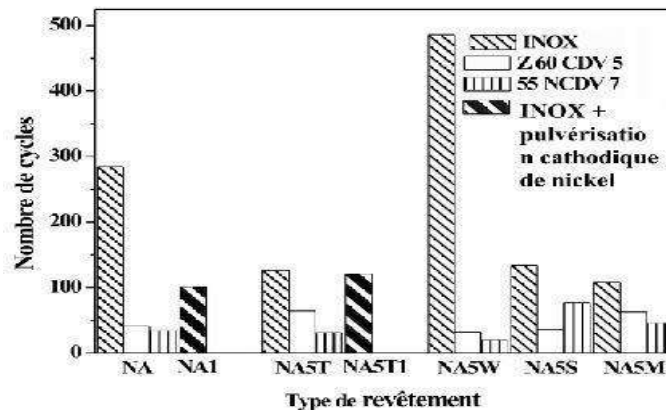


Figure IV.23 :Histogramme comparatif montrant le comportement en fatigue thermique *des* revêtements réalisés sur les aciers inox (316L), Z60CDV7 et le 55NCDV7.

Les photographies des échantillons après l'essai de fatigue thermique sont présentées par la figure 18. L'endommagement de presque tous les revêtements commence à partir des bords de l'échantillon puis se propage aux zones adjacentes.

Ce cheminement est dû aux conditions extrêmes de chauffage et de refroidissement et à la singularité des contraintes thermiques aux bords de l'échantillon.

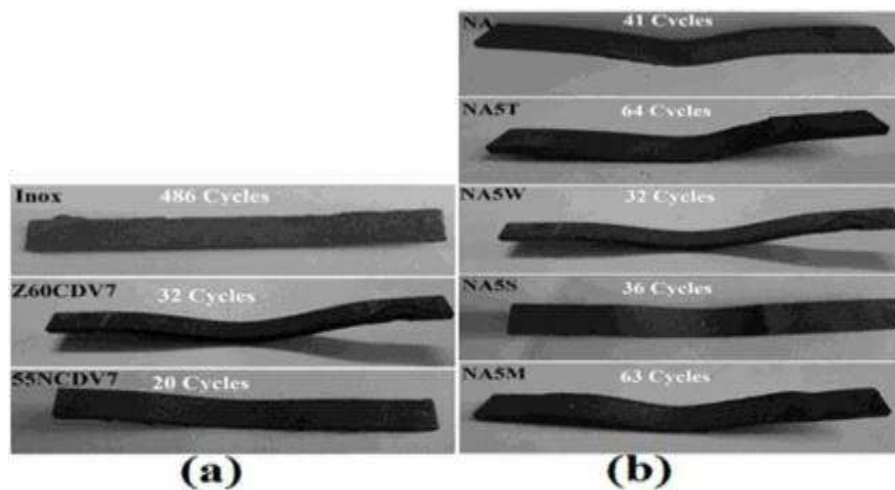


Figure IV.24: Vue générale des revêtements après l'essai de fatigue thermique.

a : Revêtement NA5W sur différents substrats,

b : Revêtements étudiés réalisés sur substrat Z60CDV7.

La figure 17a présente les diffractogrammes du revêtement NA après fatigue thermique. On peut constater que la tendance générale des transformations de phases dans les revêtements NA1 (avec sous couche de nickel) et NA (sans sous couche de nickel) est similaire.

On peut donc conclure que la sous couche nickel n'a pas une influence directe sur les transformations de phases au cours des essais de fatigue thermique.

IV .4.13. Pour faire un revêtement utilisant (APS)nous constatons que:

- Les couches déposées par plasma présentent des hétérogénéités intenses de leurs structures suite à la composition initiales des poudres déposées ou aux conditions expérimentales de déposition. L'amélioration apportée par la déposition plasma concerne en premier lieu l'augmentation de la dureté.

On a signalé que la dureté de la couche de composite est de 1100Hv. Cependant, la couche renferme des défauts vulnérables à l'usure dans les conditions sévères.

Les couches d'alumine ou la composite céramique n'ont pas une bonne tenue à l'usure dans les conditions présentes de déposition ou d'essais. Leurs coefficients d'usure est très proches de celui du substrat. Ainsi, on peut dire que cette déposition n'a pas amélioré la tenue à l'usure de l'acier.

- Le détachement des débris s'est effectué par effritement de la couche. Les mesures prises montrent que cette usure n'est pas profondément influencée par la vitesse de glissement malgré la relation établie entre la perte de masse ou la largeur des pistes en fonction de la vitesse de glissement.

Conclusion générale 60 Les observations métallographiques montrent que le substrat a été rapidement atteint. Ce qui confirme les constatations relevées ci-dessus d'une part et d'autre part l'adhérence des couches à l'acier n'est pas parfait. Les micrographies montrent des décohésions clairement apparentes entre le substrat et les couches. A partir des travaux effectués sur l'alliage d'aluminium revêtu d'acier, on peut avancer les conclusions suivantes :

- Le substrat utilisé est un matériau ductile, sa dureté vickers moyenne est de l'ordre de 100HV et sa tenue à l'usure est très faible.

Conclusion générale

Ces dernières années, de nombreux travaux ont été consacrés aux aluminures de nickel, non seulement en tant que matériaux massifs, mais également comme revêtement, du fait qu'ils présentent une combinaison attrayante de propriétés physiques et mécaniques comprenant une haute température de fusion, une dureté élevée, une faible densité, et surtout une bonne tenue à l'oxydation et à la corrosion. Ce qui les place parmi les matériaux les plus utilisés pour des applications à hautes températures [43]. Outre cela de récentes recherches [44] ont été consacrées au comportement tribologique de NiAl et ils ont montré que ces revêtements possèdent d'excellentes propriétés tribologiques.

Sous forme de revêtements, ces matériaux sont souvent mis en œuvre par projection thermique, particulièrement la projection plasma. Les hautes températures atteintes par plasma permettent la déposition de revêtements résistants à la corrosion à hautes températures (intermétalliques) et à l'usure (carbures, borures, oxydes...etc.). Dans le cas des revêtements à base de Ni-Al, la réaction exothermique entre le nickel et l'aluminium produit la fusion et la soudure partielles entre le revêtement et le substrat, améliorant ainsi l'adhérence du revêtement au substrat [8]. Les revêtements obtenus par projection plasma de poudres de Ni-Al à différentes compositions ont été étudiés par Sampath et al [9]. Ils ont signalé que les revêtements contiennent des oxydes de Ni et d'Al en plus de la solution solide Al-Ni. Une réaction chimique entre les différents éléments se produit pendant l'envol des particules dans la flamme d'APS. Le nickel et l'aluminium fondus forment alors des composés intermétalliques en présence d'oxydes.

L'incorporation d'une deuxième phase dure et réfractaire dans la matrice intermétallique offre la possibilité de renforcer efficacement la tenue du matériau à hautes températures ainsi que la tenue à l'usure. Ces dernières années, plusieurs travaux ont mis au jour l'influence de diverses additions telles que SiC, Al₂O₃, TiB₂ et TiC sur le comportement à chaud des revêtements à base d'intermétalliques [2-4,8-10]. D'autre par, l'ajout de particule céramique peut améliorer efficacement le comportement tribologique du revêtement NiAl.

Le présent travail a donc pour objectif l'étude de l'influence des additions telles que TiC, SiC, WC, et MgO sur la microstructure, les propriétés mécaniques ainsi que le comportement en fatigue thermique, à la dégradation par érosion et à l'usure par frottement des revêtements plasma à base de NiAl.

Ce cinquième chapitre présente les études des dépôts céramiques élaborés par les procédés APS et projection de glace carbonique incluant le processus de prétraitement.

Dans cette étude, trois revêtements, Al_2O_3 , Cr_2O_3 , et de barrière thermique (TBC) type zircone yttrée, ont été élaborés. Afin d'examiner l'effet de la projection de glace carbonique, trois dépôts ont été également élaborés par les procédés APS uniquement, combinés avec le refroidissement de l'air comprimé souvent utilisé. Tout d'abord, les microstructures des dépôts ont été examinées par MEB. Ensuite, les caractéristiques comme la porosité, la microdureté et l'adhérence entre dépôts et substrats, etc., ont été évaluées en détail.

Références bibliographiques :

- [1] M. khechba (2008), thèse de magistère, Université de Constantine.
- [2] Hazard et coll., Mémotech — Structures métalliques (Casteilla, 2000), p. 14
- [3] R. BUTIN, M. PINOT "Fabrications mécaniques". Technologie, tome 2, 1981.
- [4] Matériaux métalliques - 2e éd (Français) Broché – 22 septembre 2017
- [5] M. KRAUB, B. SCHOLTES , Thermal Fatigue of Shot Peened on Hard Turned HotWork steel AISI H11;324-330; 2002042. 12 May 2003
<https://doi.org/10.1002/3527606580.ch41>
- [6] N. Mebarki, D. Delagnes, P. Lamesle, F. Delmas, C. Levailant, Mater. Sci. Eng. INFLUENCE DES PARAMETRES DE TRAITEMENT THERMIQUE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES ET LA MICROSTRUCTURE D'UN ACIER A OUTILS DE TRAVAIL A CHAUD.2012 , A387–389 (2004) 171.
- [7] A. Bahrami, S. H. Mousavi Anijdan, M. A. Golozar, M. Shamanian, N. Varahram, **Wear, 258 (2005) 846**. Effects of conventional heat treatment on wear resistance of AISI H13 tool steel, 2005
- [8] M. COLOMBIE , Matériaux industriels, matériaux métallique ; DUNOD, Paris 2000
- [11] Y. C. Lin, S. W. Wang, T. M. Chen, J. Mater. Process. Technol. 120 (2002) 126.
- [12] L. COLOMBIER, les aciers à outils et leur traitement thermique, 1971, PYCEDITION, Paris.
- [9] L. Schmidt, 'Tool Materials for Molds and Dies', 1987, Colorado School of Mines Press, 118.
- [10] J. R. T. Branco, 'Development of Nb Modified AISI H13/H11 Type Tool steels', Ph.D.thesis 1989 Colorado School of Mines
- [11] S. Mayer, C. Scheu, H. Leitner, I. Siller, H. Clemens, Int. J. Mater. Res. 100 (2009) 86. <https://link.springer.com/article/10.1007/s00501-010-0578-3>
- [14] M. L. Schmidt, ibid. 118-64. Magister, ATHMANI Moussa, université anaba, 2010
- [17] M.M.BCHAUPINIL, L.SERAPLIR , R.TRIWT: 'Analogies et différence entre les traitements de carbonituration et de cémentation', Aciers spéciaux №13, 1975.
- [16] R. Lévêque: Traitement superficiels des aciers à outils, Techniques de l'Ingénieur, 1993, M1135, Paris, France.
- [17] H. Hems, H. Fr. Hinz and I. M. Hucklenbroich: 'Progress in tool steel', Proceeding of the 4th international Conference on tooling, 1996, University Bochum.

- [18] V.YAKUB, A.TIJANI: 'Modeling and Simulation of Thermochemical Heat Treatment Processes: A Phase Field Calculation of Nitriding in Steel', PHD thesis, university of Bremen 06/2008
- [19] D.GHIGLIONE, C.LEROUX, 'Pratique des traitements thermo-chimiques, cémentation, carbonitruration ; Technique de l'ingénieur M1226, page 2-20.
- [20] X. An, J. Cawley, W.M. Rainforth and L. Chen: Spectrochimica Acta-Part B, 2003, 58, 689-698.
- [21] M.J.SCHMUCK; Propriétés comparées des surfaces des pièces cémentées et carbonitrurées, aciers spéciaux N°33.1976.
- [22] C. FRANZ, G. BESSERDICH, V. SCHULZE, H. MUELLER, D. LOEHE, Influence of transformation plasticity on residual stresses and distortions due to the heat treatment of steels with different carbon contents; J. Phys. IV, 120:481–488, 2004.
- [23] M. SLOVACEK, Application of numerical simulation of heat treatment in industry; J. Phys. IV, 120:753–760, 2004.
- [24] R.M. MUÑOZ RIOFANO, L.C. CASTELETTI, P. NASCENTE, Effect of Ion Nitriding on the Abrasive Wear Resistance of Ultrahigh-Strength Steels with Different Silicon Contents; JMEPEG (2005) 14:75-84.
- [25] M. HERNANDEZ, M.H. STAIA, E.S. PUCHI-CABRERA, Evaluation of microstructure and mechanical properties of nitrided steels; Surf. Coat. Technol., 202:1935–1943, 2008.
- [26] S.BÖHMER, H.SPIES, J.BERG, Oxygen probes for controlling nitriding and nitrocarburising atmospheres; Surface Engineering, vol 10, no 2, p. 129 à 135 (1994).
- [27] R.HOFFMANN, K.WEISSOHN, Le rôle des sondes à oxygène dans la nitruration et la nitrocarburation ; Trait. Therm., no 267 (1993).
- [28] M.CARTIER, M.ARMSTRUSTRE: 'Guide d'emploi des traitements de surfaces appliqués aux problèmes de frottement', Edition TEC et DOC.2000, page 187-195.
- [29] ASM Handbook, Vol.4, Heat Treating: ASM International, Materials Park, Ohio, 1991.
- [30] Y. Desalos: Revue traitement thermique, 1998, N° 315, 35-40.
- [31] N. Krishnaraj, P. Bala Srinivasan, K.J.L. Iyer and S. Sundaresan: Wear, 1998, 215, 123-130.
- [32] Schoop M.U., "Improvements in or connected with the coating of surface with metal, applicable also for soldering or uniting metals and other materials." United Kingdom Patent office 5,712 A.D. 1910, and JTST, Vol. 10, No 1, march 2001

- [33] M.KEHIL, « Tenue à l'usure d'un acier ordinaire à dépôt d'alumine par plasma, thèse de magister, mécanique appliqué » université Sétif, 2012.
- [34] S.NOUROUZI, « Contribution à l'étude du procédé ARC-FIL, pour la réalisation de dépôt métalliques durs résistants à l'usure abrasive » thèse de doctorat, université de Limoges, France, 2004.
- [35] A. Proner, revêtement par projection thermique, (éd) technique de l'ingénieur, M 1645, P 1-20,1999.
- [36] S. Beauvais, Thèse doctorat : « *Etude de l'influence de la porosité sur les propriétés électriques de dépôts réalisés par projection plasma* », Ecole de Mines de Paris, 2003
- [37] <http://surfatec.org/>, guide du sablage, des grenailages, du microbillage, etc
- [48] S.BEAUVAIS, « Etude de l'influence de la porosité sur les propriétés électriques de dépôts réalisés par projection plasma » Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003.
- [45] T. Mana, « évaluation de la tenue à l'usure d'un dépôt en acier 100Cr6 réalisée par technique de projection thermique à flamme-fil » mémoire de fin d'études, science des matériaux, université Bejaia,2007.
- [40] F.CHOUIT « Elaboration et caractérisation des matériaux de revêtements de types (Ni-Al-Zn) par projection thermique (torche), mémoire de fin d'études, Matériaux supraconducteurs et diélectriques » université annaba, 2008.
- [41] N. HIDJA , A. AIS, mémoire de fin d'étude « frottements des dépôt obtenue par projection thermique à l'arc électrique », université de béjaia.2009.
- [42] Site web <http://www.gordonengland.co.uk> , Nature of Thermal Spray Coatings.
- [43] R. YOUNES, mémoire de fin d'étude « étude du comportement mécanique et microstructural des revêtement en céramique obtenue par projection thermique³ », université de béjaia.2016.
- [44] B.SADOUDI, mémoire de fin d'étude « étude comparative de la tenue à l'usure de deux types de dépôts réalisée par projection thermique via le teste de perte de mase en fonction du temps », université de béjaia.2007.
- [45] CHABROL-F.SCHUSTER, Caractérisation et contrôle des couches(1998).
- [46] A. LAMRAOUI, thèse de doctorat « traitement de surface par texturation laser : une alternative "propre" de préparation de surface pour la projection thermique », Université de Belfort-Montbéliard, France, 2011.
- [45] Y. Danlos, thèse de doctorat « Etude de l'association laser-projection thermique pour l'optimisation de revêtements », Université de Belfort-Montbéliard, France, 2009.

[48] F. TOURI, Mémoire de fin d'étude « Synthèse de nouveaux matériaux moléculaires par phosphorylation des dérivés aminés et étude de leurs propriétés électrochimiques et complexâtes » Université de setif, 2012.