



N° d'ordre :

UNIVERSITE DE M'SILA

FACULTE DES SCIENCES ET DES SCIENCES DE

L'INGENIORAT

Département de physique

MEMOIRE

Présentée pour l'obtention du diplôme de magistère

Option : Physique et chimie des matériaux

Par

Maza Samira

SUJET

**Elaboration et étude des propriétés physiques et mécaniques
des surfaces des aciers cimentés**

Soutenue publiquement le : 20Mai 2009 devant le jury formé de :

Noureddine Bouaouadja	Professeur	Université de Sétif	Président
Younès Benarioua	Professeur	Université de M'sila	Rapporteur
Abdelaziz Ati	Professeur	Université de Béjaia	Examineur
Kamel Loucif	Professeur	Université de Sétif	Examineur

Promotion : 2008/2009.

إعداد و دراسة الخواص الفيزيائية والميكانيكية لسطوح الفولاذ المسمنتة

ملخص:

يهدف هذا العمل إلى تحقيق عملية السمنتة تجريبيا لنوعين من الفولاذ ال ذي يحتوي على نسب ضعيفة من عناصر الإضافة من جهة، ودراسة الخواص الفيزيائية والميكانيكية لسطوح هذه الفولاذ المعالجة بهذه العملية من جهة أخرى. إذن المرحلة الأولى من هذا العمل تركز على القيام بتغيير سطوح قطع الفولاذ بعملية السمنتة وفق شروط مختلفة من درجة حرارة و زمن التجربة و في المرحلة الثانية على دراسة الخواص الفيزيائية والميكانيكية الناتجة. الوسائل المستعملة في الدراسة كثيرة. استعملنا جهاز المجهر الضوئي لفحص البنية الداخلية و استكشاف الطبقات التي نتجت عن هذه العمليات. طبيعة الأطوار المتشكلة تم تحديدها عن طريق التحليل البنيوي للمادة وذلك باستعمال جهاز الأشعة السينية. كما قمنا بقياس الصلابة على طول المقطع العرضي للقطع المعالجة.

نتائج هذه الدراسة بينت انه مهما كانت تركيبة الفولاذ ذو النسب الضئيلة من عناصر الإضافة المستعمل فان عملية السمنتة المتبوعة بعمليات السقاية وإعادة التسخين، تحدث تغييرات بنيوية و ميكانيكية هامة في المادة المعالجة، فهي تسمح بالحصول على قطعة مكونة من فولاذين مختلفين : نواة القطعة عبارة عن فولاذ شديد المرونة يسمح بامتصاص التشوّهات والصدمات، بينما الطبقة السطحية عبارة عن فولاذ مفحم جدًا ذو صلابة عالية وسمك يمتد على بعض المليمترات يتعلق بشروط السمنتة و بتركيب الفولاذ المستعمل. بعد هذه العمليات، تظهر منطقة عند طرف القطعة تحتوي على نسبة كبيرة من الكربون، ذات صلابة كبيرة جدًا، تسمى بمنطقة التوافق بين الكربون و الفولاذ المستعمل، تتكون من المارتنيت و السوربيت (بنية في غاية الدقة تتكون من كريتات الحديد والفريت). إن تشكل هذه الكريتات مرتبط بانتشار الكربون من وسط السمنتة إلى داخل مصفوفة الفولاذ ليشكل محلول صلب إنغراسي مع الأستيت الذي يتحول بعد عملية السقاية للمارتنيت، الذي يتفكك بدوره، بعد عملية إعادة التسخين ، إلى معقد من كريتات الحديد. بالاتجاه إلى داخل القطعة إلى عمق أكبر، انتشار الكربون من السطح المفحم إلى داخل القطعة ينتج منطقة تدعى منطقة الانتشار، تتكون من صفائح التروستيت نتيجة انخفاض سرعة تبريد الأستيت ونسبة الكربون. صلابة هذه المنطقة راجع إلى تكون التروستيت الذي يحد من انتشار الأختلاعات. في هذه المنطقة يمكن أن تتشكل أيضا كريتات عناصر الإضافة و التي تؤدي إلى زيادة صلابة هذه المنطقة. في الأخير نجد منطقة تمثل الفولاذ المستعمل بتركيب غير متغير و بنسبة كربون ضئيلة أين يمكن أن نجد الفريت و البرليت ببنية مؤلفة من صفائح رقيقة تمتلك صلابة ضعيفة جدًا بالمقارنة بالطبقة المسمنتة. بيانات الأشعة السينية المحصل عليها أظهرت وجود المارتنيت، الفريت و كريتات الحديد Fe_3C ، Fe_2C ، Fe_3C_2 ، $CFe_{2.5}$ ، Fe_7C_3 في الطبقة المسمنتة ببنية بلورية مختلفة. إن تجارب قياس الصلابة على طول المقاطع العرضية أظهرت بأن الصلابة تتعلق جدًا بالبنية خاصة طبيعة المركبات المتشكلة، بعناصر الإضافة الموجودة في الفولاذ وأيضا بعوامل التجربة.

الكلمات المفتاح: السمنتة، معالجات السطوح، السقاية، الفولاذ، المعالجات الحرارية، الصلابة، انعراج الأشعة السينية.

Elaboration et étude des propriétés physique et mécanique des surfaces des aciers cémentés.

Résumé:

L'objectif de mon travail de mémoire a été de réaliser expérimentalement le procédé de cémentation solide de deux types d'aciers faiblement alliés d'une part, et d'étudier les propriétés physiques et mécaniques des surfaces cémentées de ces aciers traités d'autre part. Donc, le travail s'articule, dans un premier temps, sur la modification de la surface des pièces en aciers par des traitements de cémentation selon différentes conditions des expérimentations de température et de temps de maintien. Le deuxième volet de ce travail traite l'étude des propriétés tant de point de vue physico-chimique que mécanique des surfaces des aciers produits de ces traitements. Les moyens de caractérisation utilisés lors de cette étude sont plusieurs : l'analyse métallographique, la méthode de diffraction des rayons X et le système d'indentation Vickers. Les échantillons ont été examinés par la microscopie optique. La méthode de diffraction a été exécuté afin d'identifier les phases formées près de la surface après le dépôt de carbone et l'opération de trempe et de revenu. L'essai de la mesure de la dureté en profil a été réalisée afin d'étudier le comportement mécanique de l'acier et l'évolution de la dureté dans les couches cémentées.

Les résultats de cette étude ont montré que quelque soit la nuance d'acier, faiblement allié utilisé, le traitement de cémentation qui se suit par des traitement de trempe et de revenu, produit des changements structuraux et mécaniques importants dans le matériau traité, il permet d'avoir une pièce composée de deux aciers très différents : l'âme de pièce demeure un acier extra-doux permet d'absorber les déformations et les chocs, tandis que la couche superficielle est un acier très carburé de dureté plus élevée s'étend sur quelques millimètres de profondeur qui dépend de conditions de traitement et de la nuance de l'acier utilisé. Après ce traitement, une zone très carburée apparaît à l'extrémité de la pièce de dureté plus élevée, c'est la zone de combinaison de carbone avec le métal de base, constitue des lattes de la martensite et de la structure sorbitique qui est un constituant extrêmement fin qui se forme au cours du réchauffage d'un acier trempé martensitique (revenu), sa structure est constitué par de fins carbures de fer dans une matrice ferritique. La formation de ces carbures de fer étant liée à la diffusion du carbone de ciment solide dans la matrice de l'acier de base qui mise en solution solide interstitielle dans l'austénite qui transforme après la trempe à la martensite qui se décompose à son tour, lors de revenu, en un complexe de carbures de fer. Puis plus en profondeur, le processus de diffusion de carbone de la surface carburée vers l'intérieur de la pièce résulte une zone de diffusion qui constitue des lamelles de la troostite à cause de la diminution de la vitesse de refroidissement de l'austénite et de la teneur de carbone. Le durcissement par cémentation dans la zone de diffusion est dû à l'apparition de troostite qui limite la mobilité des dislocations. Dans cette zone, le carbone est combiné aussi avec les éléments d'alliages pour former des carbures intragranulaires qui peuvent conduire à des durcissements importants. Enfin une zone qui représente le métal de base, de composition inchangée de teneur en carbone plus faible, où peuvent être présente ferrite et perlite, il présente une dureté plus faible par rapport à la couche cémentée. Les diffractogrammes obtenus révèlent la présence de la martensite, de la ferrite et des carbures de fer Fe_3C , Fe_2C , Fe_5C_2 , $CFe_{2,5}$ et Fe_7C_3 , dans la couche cémentée avec différentes formes de cristallisation. En effet, l'augmentation de température et de durée de cémentation fait augmenter l'intensité de ces carbures. Les profils de dureté réalisés montrent que la microdureté étant fortement dépendante de la microstructure et surtout de la nature des constituants qui sont formés, les éléments d'addition présents dans l'acier ainsi que les paramètres de traitements vont donc avoir une influence sur les profils obtenus après traitements.

Mots clés: cémentation, traitement de surface, trempe, aciers, traitement thermique, dureté, diffraction des rayons X.

Development and study of the physical and mechanical properties of surfaces of the cement steels.

Summary

The objective of my work of memory was to carry out in experiments proceeded of solid cementing of two types of carburizing steels on the one hand, and to study the physical properties and mechanical face-hardened surfaces of these treated steels on the other hand. Therefore, work is articulated, initially, on the modification of the surface of the steel parts by treatments of cementing according to various conditions of the experiments of temperature and of time of maintains. The second aspect of this work treats the study of the properties as well from physicochemical point of view as mechanical of surfaces of produced steels of these treatments. The means of characterization used at the time of this study are several: metallographic analysis, the DRX and the system of Vickers indentation. The method of diffraction was implemented in order to identify the phases formed close to surface after the carbon deposit and the operation of hardening and income. The samples were examined by optical microscopy. The test of measurement of hardness in profile was realized so to study the mechanical behaviour of steel and evolution of hardness in the face-hardened layers.

The results of this study showed that however the nuance of steel, slightly allied used, treatment of cementing which is followed by treatment of hardening and income, product structural and mechanical changes significant in treated material, it makes it possible to have a part made up of two very different steels: the heart of part remains an ingot-iron makes it possible to absorb the deformations and the shocks, while the surface layer is a very high-carbon steel of higher hardness extends on a few millimeters of depth which depends on conditions of treatment and the nuance of used steel. After this treatment, a very high-carbon zone appears at the end of the part of more raised hardness, it is the zone of carbon combination with the base metal, constitute slats of martensite and sorbitique structure which is constituent extremely fine which is formed during the reheating of a martensitic tempered steel (income), its structure is consisted fine iron carbides in a ferritique matrix. The formation of these carbides being related to the diffusion of the solid cement carbon in the matrix of the basic steel which put in interstitial solid solution in the austenite which transforms after hardening to the martensite which breaks up in its turn, at the time of income, in an iron carbide complex.. Then more in-depth, the process of carbon diffusion of the surface high-carbon towards the interior of the part results a zone from diffusion which constitutes lamellas of troostite because of the reduction the speed of cooling of austenite and carbon content. Hardening by cementing in the zone of diffusion is due to the appearance of troostite which limits the mobility of dislocations. In this zone, carbon is also combined with the alloy elements to form intragranulaires carbides which can lead to hardenings significant. Finally a zone which represents the base metal, of unchanged composition of percentage of weaker carbon, or can be present ferrite and perlite, it has a lower hardness compared to the face-hardened layer. The diffractogrammes obtained reveal the presence of iron carbides Fe_3C , Fe_2C , Fe_5C_2 , $CFe_{2,5}$, Fe_7C_3 and FeC , in the face-hardened layer with various forms of crystallization. In effect, the increase in temperature and duration of cementing makes increase the intensity of these carbides. The profiles of hardness carried out show that microhardness is strongly dependent on the microstructure and especially on the nature of the components which are formed, the elements of addition present in steel as well as the parameters of treatments thus will have an influence on the profiles obtained after treatments.

Key words: cementing, surface treatment, soak, steels, heat treatment, hardness, diffraction of x-rays.

Remerciement

Aux êtres qui me sont les plus chers.

Devant tous les sacrifices que vous avez consentis pour moi, aucune dédicace ne saurait exprimer la grandeur des sentiments que j'ai pour vous. Comment pourrais-je vous dédier un travail qui est le vôtre. Puisse dieu m'aider pour que je vous comble à mon tour.

A mes parents,

A mon fiancé Samir Kennane,

A mes frères (Massoud, Youssef et Omar),

A mes sœurs (Razkia, Naima, Noura, Allia, Nedjma, Atika et Nadjat),

Merci à Dieu, qui m'a tout donné.

Avant d'aborder ce mémoire je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué à l'exécution de ce travail parfois sans le savoir ou du moins sans mesurer le porté de leur influence.

Merci à monsieur **Younès Benarioua** professeur à l'Université de M'sila, mon directeur de thèse, pour ses encouragements tout au long de cette thèse, ses conseils, sa patience mais surtout ses idées très enrichissantes et pour l'analyse détaillée de ce travail.

Je remercie vivement l'ensemble des membres du jury, en commençant par monsieur **Noureddine Bouaouadja** professeur à l'Université de Sétif, pour avoir accepté de présider le jury de cette thèse. Je remercie Messieurs, **Abdelaziz Ati** professeur à l'Université de Béjaia et **Kamel Loucif**, professeur à l'Université de Sétif pour avoir accepté d'être les examinateurs de cette thèse.

Je remercie aussi le personnel du laboratoire de physique et chimie de l'usine de BCR (au Sétif) pour m'avoir permis d'accéder au traitement de cémentation solide et pour l'aide qu'ils m'ont apportée. Je remercie à ce même titre le personnel du laboratoire de physique de l'université de M'sila pour m'avoir permis d'accéder à la diffraction des rayons X et à la durezza. De même je n'oublierais pas le personnel de laboratoire de mécanique de précision à l'Université de Sétif pour m'avoir permis d'accéder au microscope optique et pour leur aide et leurs compétences.

Tout les chercheurs connaissent des périodes de doutes, dans ces moments le soutien discret d'une famille est essentiel. Je remercie pour cela mes parents (**Athmane et Hadda**) pour leur présence et leur soutien sans faille et sans question (baraka allahou fikoum), mon fiancé Samir, mes soeurs et mes frères. Je leur dois une partie de ce qui je suis devenu aujourd'hui.

Il est pour moi très difficile de parler de toi **Samir Kennane**. Je ne saurai trouver les mots pour exprimer toute ma reconnaissance... j'ai passé auprès de toi des années merveilleuses pleines de joie. Tout au long de cette thèse, tu as su m'écouter, m'aider, m'encourager et me soutenir dans les moments de doutes... ou même être là tout simplement... merci.

Table des matières

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I : Les aciers et leurs traitements thermiques	
I-1 Généralités sur les aciers	5
I-1-1 Introduction.....	5
I-1-2 Fabrication de l'acier.....	5
I-1-2-1 Métallurgie primaire.....	6
I-1-2-2 Métallurgie secondaire.....	7
I-1-2-3 Coulée continue et en lingot.....	7
I-1-2-4 Laminage des produits plats et longs.....	7
I-1-3 Composition des aciers.....	7
I-1-4 Influence des éléments d'addition sur les aciers.....	8
I-1-5 Diagramme d'équilibre fer- carbone.....	10
I-1-6 Différentes phases de l'acier.....	11
I-1-6-1 Ferrite.....	12
I-1-6-2 Austénite.....	12
I-1-6-3 Cémentite.....	13
I-1-6-4 Perlite.....	13
I-1-6-5 Martensite.....	14
I-1-6-6 Bainite.....	14
I-1-6-7 Troostite.....	15
I-1-6-8 Sorbite.....	15
I-1-7 Différentes familles des aciers.....	15
I-1-8 Propriétés des aciers.....	16
I-1-9 Conclusion.....	17
I-2 Traitements thermiques des aciers	18
I-2-1 Introduction.....	18
I-2-2 Buts.....	18
I-2-3 Principe.....	18
I-2-4 Procédés de traitements thermiques d'aciers.....	19
I-2-5 Traitements thermiques volumiques des aciers.....	19
I-2-5-1 Trempe.....	19

I-2-5-2 Revenu.....	20
I-2-5-3 Recuit.....	21
I-2-6 Traitements thermiques superficielles des aciers.....	21
I-2-6-1 Principe et but.....	21
I-2-6-2 Trempe superficielle.....	22
I-2-6-3 Traitements thermochimiques de diffusion.....	23
I-2-6-3-1 Principe et buts.....	23
I-2-6-3-2 Procédés de traitements thermochimiques de diffusion.....	23
I-2-7 Conclusion.....	24

Chapitre II : La cémentation des aciers

II-1 Introduction.....	25
II-2 But de cémentation.....	25
II-3 Principe de cémentation.....	25
II-4 Acier de cémentation.....	26
II-5 Étapes de cémentation.....	26
II-5-1 Étape d'enrichissement en carbone.....	26
II-5-1-1 Réactions chimiques pendant l'enrichissement en carbone.....	27
a. Cémentation solide (en caisse).....	27
b. Cémentation gazeuse.....	27
c. Cémentation en bain de sels.....	28
d. Cémentation ionique.....	29
II-5-1-2 Diffusion de carbone.....	29
II-5-2 Étape de trempe.....	30
II-5-2-1 But.....	30
II-5-2-2 Principe.....	31
II-5-2-3 Transformation martensitique.....	31
a. Cinétique de transformation.....	31
b. Mécanisme de transformation.....	32
c. Martensite.....	32
d. Durcissement.....	33
II-5-3 Étape de revenu.....	34
II-5-3-1 But.....	34
II-5-3-2 Principe.....	34
II-5-3-3 Effet de revenu.....	35

II-6 Rôle des éléments d'alliages sur la cémentation.....	35
II-6-1 Carbone.....	36
II-6-2 Éléments d'alliages en solution solide.....	36
II-7 Critères d'obtention de la structure.....	37
II-7-1 Epaisseur de cémentation.....	37
II-7-2 Oxydation interne.....	37
II-7-3 Carbures.....	38
II-7-4 Enrichissement en carbone.....	38
II-8 Structure et microstructure des couches cémentées.....	39
II-8-1 Austénite résiduelle.....	39
II-8-2 Perlite et bainite.....	40
II-8-3 Cémentite et carbures.....	40
II-9 Conclusion.....	40

Chapitre III : Procédures expérimentales

III-1 Introduction.....	42
III-2 Matériaux étudiés.....	42
III-3 Mode de préparation des échantillons.....	43
III-3-1 Coupement à froid.....	43
III-3-3 Polissage.....	44
III-4 Élaboration des aciers étudiés.....	44
III-4-1 Techniques expérimentales.....	44
III-4-1-1 Four de cémentation.....	44
III-4-1-2 Bain de trempe.....	45
III-4-1-3 Four de revenu.....	45
III-4-2 Procédé de cémentation utilisé.....	45
III-4-3 Traitements de cémentation réalisés.....	47
III-5 Analyse métallographique (microstructurale).....	48
III-5-1 Préparation des échantillons.....	48
III-5-2 Procédure d'attaque pour métallographie optique.....	48
III-5-3 Microscopie optique.....	49
III-6 Analyse des phases par diffraction des rayons X.....	50
III-6-1 Principe de la méthode.....	50
III-6-2 Conditions expérimentales et appareillages utilisé.....	51
III-7 Caractérisation mécanique.....	52

III-7-1 Principe de la méthode.....	52
III-7-2 La dureté Vickers.....	53
III-7-3 Essai de la mesure de dureté Vickers et appareillage utilisé.....	54
III-8 Conclusion.....	55

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV-1 Introduction.....	56
IV-2 Informations apportées par le microscope optique.....	56
IV-2-1 Pour l'acier 16NC6.....	56
IV-2-2 Pour l'acier 22MC4.....	59
IV-2-3 Discussion de résultats obtenus.....	61
IV-2-4 Conclusion.....	62
IV-3 Résultats de diffraction des rayons X.....	63
IV-3-1 Pour l'acier 16NC6.....	63
IV-3-2 Pour l'acier 22MC4.....	67
IV-3-3 Interprétation des diffractogrammes obtenus.....	71
IV-3-4 Discussion de résultats obtenus.....	71
IV-3-5 Conclusion.....	72
IV-4 Résultats de dureté.....	73
IV-4-1 Pour l'acier 16NC6.....	74
IV-4-2 Pour l'acier 22MC4.....	76
IV-4-3 Interprétation des courbes obtenues.....	79
IV-4-4 Discussion de résultats obtenus.....	79
IV-4-5 Conclusion.....	81

Conclusion générale.....	83
---------------------------------	-----------

Références bibliographiques.....	87
---	-----------

Listes des figures

Figure (I-1) :	Filières d'élaboration de l'acier.....	6
Figure (I-2) :	Diagramme de phase fer-carbone, permettant de visualiser les conditions d'existence des formes d'acier.....	10
Figure (I-3) :	Structure de ferrite : (a) granulaire -(b) acéculaire.....	12
Figure (I-4) :	Micrographie de l'austénite.....	12
Figure (I-5) :	Structure perlitique: (a) dans un acier eutectoïde - (b) dans un acier de 0.3% de carbone.....	13
Figure (I-6) :	Micrographie de la martensite.....	14
Figure (I-7) :	Structure bainitique dans un acier de 0.22 % de carbone.....	15
Figure (II-1) :	(a) Distorsion tétragonale de la cellule élémentaire de la martensite et (b) l'ampleur de la martensite en fonction de la teneur en carbone.....	33
Figure (III-1) :	Le procédé de cémentation utilisé.....	46
Figure (III-2) :	Photographie de microscope optique utilisé.....	49
Figure (III-3) :	Condition de Bragg, principe de la diffraction de rayons X.....	50
Figure (III-4) :	Photographie de diffractomètre utilisé.....	51
Figure (III-5) :	(a) Essai de dureté Vickers – (b) Micrographie représente l'empreinte de dureté en coupe transverse de l'acier 16NiCr6 cémenté à 930°C pendant 4 heures puis trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.....	53
Figure (III-6) :	Photographie de microduromètre utilisé.....	54
Figure (IV-1) :	micrographie de l'acier 16NiCr6 cémenté (930°C-4heures), trempé à l'huile et revenu (170°C-2heures).....	56
Figure (IV-2) :	micrographie de l'acier 16NiCr6 cémenté pour (a) 2heures à 900°C et (b) 6heures à 930°C, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2heures.....	57

Figure (IV-3) :	micrographie de l'acier 16NiCr6 cémenté à 930°C pendant 4heures (a) de la zone en extrême surface, (b) de la zone de diffusion et (c) de l'acier de base.....	68
Figure (IV-4) :	micrographie de l'acier 22MC4 cémenté pour (a) 2heures à 900°C et (b) 4heures à 930°C, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2heures....	59
Figure (IV-5) :	micrographie de l'acier 22MC4 cémenté à 930°C pendant 6heures (a) de la zone en extrême surface, (b) de la zone de diffusion et (c) de l'acier de base.....	60
Figure (IV-6) :	Diagramme de DRX de l'acier 16NC6 cémenté à 870°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.....	64
Figure (IV-7) :	Diagramme de DRX de l'acier 16NC6 cémenté à 900°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.....	64
Figure (IV-8) :	Diagramme de DRX de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.....	65
Figure (IV-9) :	Diagramme de DRX de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C pendant 4H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.....	66
Figure (IV-10) :	Diagramme de DRX de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C pendant 6H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.....	66
Figure (IV-11) :	Diagramme de DRX de l'acier 22MC4 cémenté à 870°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.....	68
Figure (IV-12) :	Diagramme de DRX de l'acier 22MC4 cémenté à 900°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.....	68
Figure (IV-13) :	Diagramme de DRX de l'acier 22MC4 cémenté à 930°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.....	69
Figure (IV-14) :	Diagramme de DRX de l'acier 22MC4 cémenté à 930°C pendant 4H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.....	70

Figure (IV-15) :	Diagramme de DRX de l'acier 22MC4 cémenté à 930°C pendant 6H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.....	70
Figure (IV-16) :	Profils de dureté de l'acier 16NC6 cémenté pendant 2H, à différentes températures, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2H.....	74
Figure (IV-17) :	Profils de dureté de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C, pour différents temps, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2H.....	75
Figure (IV-18) :	micrographie de profil de dureté Vickers mesuré sur l'acier 16NiCr6 cémenté (930°C-4heures), trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2heures.....	76
Figure (IV-19) :	Profils de dureté de l'acier 16NC6 cémenté pendant 2H, à différentes températures, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2H.....	77
Figure (IV-20) :	Profils de dureté de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C, pour différents temps, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2H.....	78

Liste des tableaux

Tableau (I-1) :	Eléments d'additions et leurs effets sur l'acier.....	9
Tableau (III-1) :	Composition massique de l'acier 16NC6.....	44
Tableau (III-2) :	Composition massique de l'acier 22MC4.....	44
Tableau (III-3) :	Conditions de traitements de cémentation.....	49

Introduction générale

Introduction générale

Les matériaux métalliques constituent la base du développement technologique. Ceci est également valable pour la construction des outils, des machines, des installations et des automobiles que pour l'aéronautique et l'aérospatial, pour la médecine et les techniques d'entraînement. Les alliages à base de fer, aciers et fontes, constituent en masse près de 90 % de la production mondiale de matériaux métalliques. Les aciers, en particulier, constituent une classe de ces matériaux très vaste possédant une large panoplie de caractéristiques mécaniques. Ils jouent et continuent de jouer un rôle capital sur le plan technologique. Les aciers ceux sont des matériaux de l'armement, de construction, de transport (trains, automobiles), de composants mécaniques (visserie, ressorts, câbles, roulements, engrenages), d'outillage de frappe (marteaux, burins, etc.) et de coupe (fraises, forets, porte-plaquette), etc. Ils sont aussi très présents dans des produits destinés au grand public (meubles, ustensiles de cuisine). L'acier a opéré sa révolution technologique pour être aujourd'hui présent dans presque tous les secteurs de l'activité économique (depuis les poutrelles et les armatures de béton armé, jusqu'aux aiguilles et aux prothèses de hanche), et se trouve au cœur de la vie quotidienne (boîtes, conserves...). Plusieurs facteurs expliquent cette importance: sur le plan mécanique, les aciers ont un fort module d'élasticité et une forte limite élastique, et à cause de leurs meilleures propriétés physico-chimiques que mécaniques qu'ils possèdent, ils se prêtent facilement à une production en masse. L'acier demeure le seul matériau capable tout à la fois de soutenir des efforts et des charges considérables, de conserver ses vertus à haute et basse température et de résister à la corrosion. On peut modifier également leurs propriétés en ajoutant d'autres éléments, principalement métalliques, et on parle des aciers alliés. De plus, on peut encore améliorer grandement leurs caractéristiques par des traitements thermiques prenant en surface ou à cœur de la matière; on parle alors des aciers traités.

Pour ce qui est des éléments d'alliage, il convient de toujours distinguer s'ils forment du carbure, de l'austénite ou de la ferrite et dans quel objectif ils sont ajoutés. Selon le pourcentage, chaque élément confère à l'acier des propriétés spécifiques déterminées. La présence des éléments d'alliage dans l'acier ne constitue que les prémices indispensables à l'obtention des propriétés souhaitées; seules leurs mises en œuvre et le traitement thermique permettent d'obtenir celles-ci.

Le traitement thermique est le procédé mis en œuvre le plus souvent, grâce auquel les propriétés des aciers sont améliorées et donc modifiées afin qu'elles correspondent précisément aux conditions de production et d'utilisation. Il est un moyen de fabriquer des caractéristiques

mécaniques. Il optimise l'emploi d'un matériau et est une solution de renforcement des pièces mécaniques. En effet, toute utilisation rationnelle d'un alliage implique généralement un traitement thermique approprié.

Une opération de traitement thermique d'une pièce d'acier consiste à lui faire subir des transformations de structure grâce à un cycle thermique comprenant un chauffage selon une allure imposée, un maintien à une ou plusieurs températures et un refroidissement à une vitesse déterminée. D'une façon générale, on distingue deux grands types de traitements thermiques, les traitements thermiques classiques regroupant dans un cas général le recuit, la trempe et le revenu, et les traitements thermiques superficiels comme par exemple la trempe superficielle et la cémentation.

Les traitements thermiques superficiels des aciers sont de plus en plus utilisés. Ils permettent la modification des caractéristiques surfaciques des pièces pour optimiser leurs applications. Ces traitements permettent aussi aux pièces de remplir des fonctions antagonistes telles que de posséder d'une dureté élevée en surface jointe à une ténacité et une ductilité importantes à cœur: " peau dure et cœur tendre ", avec l'augmentation de la résistance à l'usure et à la fatigue. On peut obtenir ce résultat par la modification de la zone superficielle de la pièce d'acier soit par un traitement thermique localisé (chauffage superficiel et trempe), soit par un traitement thermochimique de diffusion d'un élément métallique ou non métallique (cémentation, nitruration, nitrocarburation, boruration, aluminisation, chromisation...).

En effet, de nombreuses applications nécessitent l'utilisation d'un acier présentant une bonne résistance à l'adoucissement aux températures de fonctionnement. On peut citer, à titre d'exemple, les pignons, roulements et arbres à cames. De plus, les zones superficielles des pièces des aciers soumises à des sollicitations mécaniques ont un rôle important car leurs propriétés conditionnent la tenue au frottement, à l'usure et à la fatigue. On cherche donc souvent à réaliser des couches superficielles de dureté élevée reposant sur un cœur résistant. La cémentation apparaît comme le meilleur compromis. De ce fait, à cause de son importance dans le domaine de l'industrie et sur le plan technologique, dans ce mémoire, nous nous sommes intéressés à l'étude de traitement thermochimique de diffusion de carbone dans les pièces en aciers qui est couramment la cémentation.

La cémentation est un traitement thermochimique superficiel qui consiste en un apport de carbone dans la surface de la pièce, suivi d'un durcissement par trempe. Cet enrichissement se fait par mise en contact avec un milieu carburant pouvant abandonner du carbone. L'opération de

diffusion est toujours suivie d'une opération de trempe afin d'obtenir le durcissement de la couche enrichie par formation de la martensite en surface améliorant ainsi la dureté, mais aussi la tenue en fatigue en raison des contraintes de compression dans la zone traitée. L'enrichissement de la surface en carbone rend possible la trempe des aciers utilisés non trempables au départ. Après la trempe, les pièces subissent un revenu, qui a pour but de diminuer les effets de la trempe en augmentant la résilience et la ténacité et d'abaisser la fragilité et la dureté de la couche cémentée par affinage de la structure et de la dispersion des carbures de fer dans la ferrite. Il en résulte un véritable matériau composite dont la structure macroscopiquement hétérogène présente une âme résiliente et une zone superficielle de grande dureté avec, simultanément, une augmentation de la résistance à l'usure, à l'abrasion et à la fatigue. Ceci confère à la pièce cémentée des propriétés métallurgiques et mécaniques nouvelles. La cémentation s'emploie sur des pièces dont l'âme doit conserver une certaine élasticité, alors que la surface doit avoir une grande dureté.

Le but de mon travail de mémoire a été de réaliser expérimentalement le procédé de cémentation solide de deux types d'aciers faiblement alliés de cémentation d'une part, et d'étudier les propriétés physiques et mécaniques des surfaces cémentées de ces aciers traités d'autre part (caractérisation microstructurale). Donc, le travail s'articule, dans un premier temps, sur la modification de la surface des pièces en aciers par des traitements de cémentation. Le deuxième volet de ce travail traite l'étude des propriétés tant de point de vue physico-chimique que mécanique des surfaces des aciers produits de ces traitements. Les moyens de caractérisation utilisés lors de cette étude sont plusieurs. Les couches formées lors de ces traitements ont été identifiées par l'analyse métallographique à l'aide d'un microscope optique. La nature des phases de dépôt est confirmée par l'analyse structurale en utilisant la diffraction des rayons X. Le système d'indentation Vickers est introduit dans cette étude pour contrôler le comportement mécanique notamment la dureté parallèle des couches selon la température de cémentation et le temps de maintien de traitement.

Le mémoire se décompose en quatre chapitres, et la démarche suivie sera la suivante.

Le chapitre I se décompose en deux parties, dans la première partie il s'agit de faire une revue de la bibliographie générale sur les aciers, la fabrication, la composition, l'influence des éléments d'additions, les différentes phases, et leurs propriétés qui dépendent essentiellement des traitements thermiques et des traitements de surface auxquels ils ont été soumis. La deuxième partie est lui consacré à l'étude des traitements thermiques des aciers, le principe, les buts et les différents procédés.

Le chapitre II est consacré à l'étude du traitement de la cémentation des aciers. Ce chapitre à caractère bibliographique décrit tout d'abord les mécanismes de base et les différentes techniques de cémentation, ensuite, les phénomènes essentiels résident dans la modification d'une couche superficielle de la pièce traitée liée à l'apport d'éléments durcissants (carbone) et à la présence de la structure martensitique à cause du trempe et également l'effet de revenu effectué après la trempe sur les pièces traitées. Il rappelle également les propriétés structurales des couches cémentées.

Le chapitre III introduit véritablement ce travail en présentant les différentes techniques expérimentales de traitements de cémentation et de caractérisation utilisées. Il décrit les caractéristiques des matériaux étudiés, les modes de préparation des échantillons utilisés pour les traitements de cémentation et les techniques employés pour l'élaboration des aciers utilisés. Ce chapitre fait également une description détaillée sur les moyens de caractérisation.

Le chapitre IV fait état des résultats acquis sur la caractérisation des propriétés physiques et mécaniques des aciers traités et propose des interprétations. La caractérisation physique se fait par deux méthodes, l'analyse métallographique de la microstructure des couches obtenues à l'aide d'un microscope optique et l'identification des phases obtenues en utilisant la technique de la diffraction des rayons X. Par ailleurs, la caractérisation mécanique des aciers traités est introduite pour contrôler le comportement de la dureté Vickers des couches cémentées.

Enfin, une conclusion générale est consacrée au bilan de résultats de la thèse et de leurs interprétations.

Chapitre I :

Les aciers et leurs traitements thermiques

I-1 Généralités sur les aciers

I-1-1 Introduction

L'acier est un alliage à base de fer additionné d'un faible pourcentage de carbone (de 0,008% à environ 2,11% en masse). La teneur en carbone a une influence considérable (et assez complexe) sur les propriétés de l'acier : au dessous de 0,008 %, l'alliage est plutôt malléable et on parle de fer; au-delà de 2,11%, les inclusions de carbone sous forme graphite fragilisent la microstructure et on parle de fonte. Entre ces deux valeurs, l'augmentation de la teneur en carbone a tendance à améliorer la résistance mécanique et la dureté de l'alliage, on parle des aciers doux, mi-doux, mi-durs, durs ou extra durs (classification traditionnelle). On peut acquérir les aciers sous des formes et des propriétés très variées grâce à l'ajout des éléments d'addition et la diversité des traitements thermiques.

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

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

I-1-2 Fabrication de l'acier

L'acier s'élabore actuellement de deux manières:

- Dans des convertisseurs, à partir de la fonte élaborée à l'aide des hauts fourneaux; [1]
- Dans un four électrique, à partir d'acier de récupération; on parle d'acier de recyclage ou d'acier électrique.

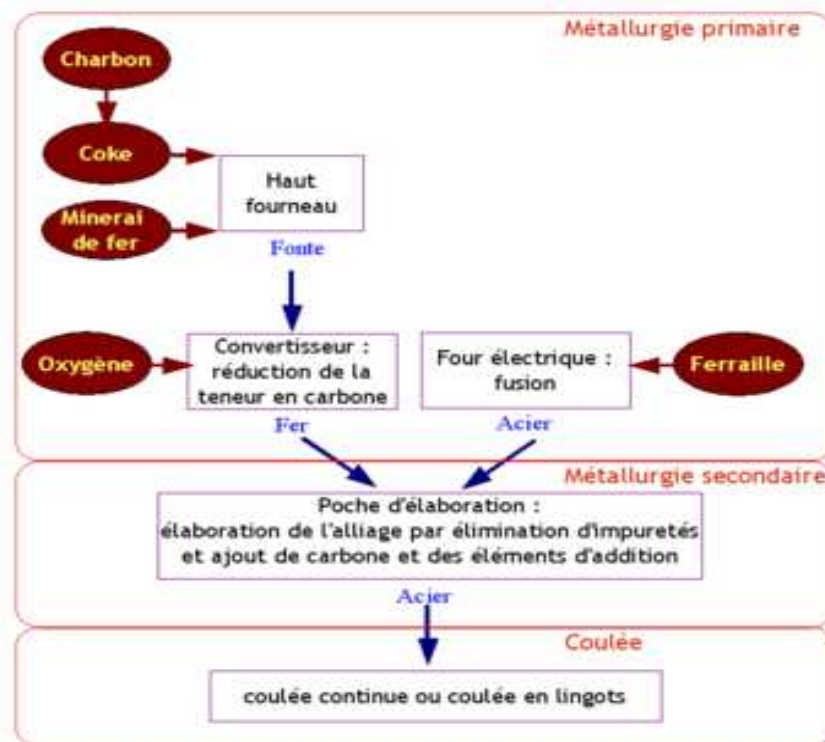
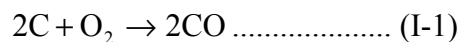


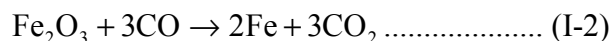
Figure (I-1): Filières d'élaboration de l'acier. [1]

I-1-2-1 Métallurgie primaire

Dans le haut-fourneau, le minerai et le coke solides sont enfournés par le haut. Le coke est un combustible obtenu par distillation (gazéification des composants indésirables) de la houille dans le four de la cokerie. L'air chaud (1200 °C) insufflé à la base entre en réaction avec le coke, selon l'équation de l'interaction chimique suivante :



Oxyde de carbone ainsi formé va réduire les oxydes de fer, c'est-à-dire leur prendre leur oxygène et, de ce fait, isoler le fer, selon l'équation suivante :



Le fer se chargera en carbone au fur et à mesure de sa descente dans le haut-fourneau et se transformera en fonte. Ensuite, on y convertit la fonte en acier. On brûle les éléments indésirables (carbone et résidus) contenus dans la fonte en insufflant de l'oxygène pur. On obtient de l'acier liquide sauvage, qui est versé dans une poche. Il est appelé acier sauvage, car, à ce stade, il est encore imparfait.

I-1-2-2 Métallurgie secondaire

Le rôle de la métallurgie secondaire consiste à élaborer l'acier liquide issu du convertisseur par élimination d'impuretés et ajout de carbone et des éléments d'additions. Tout d'abord, la consommation d'oxygène dissous dans l'acier. Pour cela, on jette dans l'acier liquide de l'aluminium ou du silicium qui, en s'oxydant, vont transformer l'oxygène dissous en oxydes. Ensuite l'ajustement du laitier de poche, de manière à ce qu'il ait la capacité d'absorber les impuretés comme les oxydes produits par le calmage. Puis le dégazage, qui est destiné à parfaire la décarburation entamée au convertisseur, la déshydrogénation ou parfois encore la dénitruration. Enfin l'affinage qui va ôter les derniers éléments indésirables, comme le phosphore ou le soufre et l'ajout des éléments d'alliages.

I-1-2-3 Coulée continue et en lingots

L'acier liquide est coulé dans une lingotière en cuivre de section carrée, rectangulaire ou ronde (selon le demi-produit fabriqué). Le métal commence à former une peau solide dans la lingotière violemment refroidie à l'eau. La coulée peut être également faite en lingotière : l'acier est coulé et solidifié dans des moules en fontes. Après un réchauffage à 1200°C, ils sont écrasés dans un laminoir pour être transformés en, brames, ébauches de produits plats (slabbing), et blooms, futurs produits longs (blooming).

I-1-2-4 Laminage des produits plats et longs

La brame est réchauffée dans un four pour rendre le métal plus malléable, donc plus facile à étirer et à mettre en forme. L'ébauche est ensuite amincie par écrasements progressifs entre les cylindres du laminoir.

Les blooms ou billettes issues de la coulée en lingots ou de la coulée continue sont transformés en poutrelles, profilés, rails, barres ou fils.

I-1-3 Composition des aciers

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

performances mécaniques, physico-chimiques, électriques,... assez considérable. De plus, ces matériaux se prêtent bien aux traitements thermiques, ce qui permet encore d'en diversifier les performances.

I-1-4 Influence des éléments d'addition sur les aciers

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

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

Le deuxième facteur est la tendance des éléments à se substituer en partie aux atomes de fer de la cémentite Fe_3C , ou à former des carbures.

Par ordre d'affinité avec le C : Cr, W, Mo, V, Ti, Nb. Le Si et le Ni qui ne forment pas des carbures se retrouvent en solution dans la ferrite.

Les éléments les plus fréquemment incorporés sont, outre le silicium et le manganèse, le nickel et le chrome; le molybdène, le tungstène et le vanadium, puis, moins fréquemment, l'aluminium, le titane, le niobium. Le cobalt, le cuivre, le bore, l'azote répond aussi à certains buts particuliers. Selon le pourcentage, chaque élément confère à l'acier des propriétés spécifiques déterminées. En présence de plusieurs éléments, l'effet peut être amplifié. On trouvera ci-après, dans le tableau I-1, une description des principales influences sur l'acier par des éléments d'alliage et des impuretés [2].

La présence des éléments indiqués dans le tableau I-1 et alliés aux aciers, ne constitue que les prémices indispensables à l'obtention des propriétés souhaitées; seuls leur mise en œuvre et le traitement thermique permettent d'obtenir celles-ci.

Tableau I-1 : éléments d'additions et leurs effets sur l'acier.

Éléments	Effets sur l'acier
Le carbone	Augmente la dureté, la résistance à la traction et à la corrosion. Diminue la ductilité et la malléabilité.
Le silicium	Présent dans tous les aciers. A faible pourcentage (de 0.2 à 0.5%) : rôle de désoxydant. Allié et à plus forte teneurs : améliore la limite élastique et accroît la résistance à l'oxydation.
Le 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, où il remplace une partie du fer.
Le nickel	Augmente la ductilité, surtout aux très basses températures.
Le 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).
Le molybdène	Augmente la trempabilité des aciers alliés.
Le 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.
L'azote	Abaisse le point de transformation A_{c3} . Il diminue la ductilité et la ténacité.
Le tungstène et le vanadium	Forts caractères alphaséens et carburigènes. Fréquemment utilisés pour obtenir des aciers durs et résistants.
Le cobalt	Utilisé dans des aciers très spéciaux dont il modifie certains processus structuraux.
Le phosphore et le cuivre	En faibles proportions, améliore la résistance de l'acier à l'oxydation par l'air.

I-1-5 Diagramme d'équilibre fer-carbone

Le diagramme fer-carbone figure (I-2) décrit les différents états du mélange fer et carbone selon la proportion de fer et de carbone dans le mélange. Au-dessus de 2,11% de carbone on parle de fontes, en dessous de cette concentration on parle d'acier. Ce diagramme permet de visualiser les phases d'acier que l'on a selon la température et la teneur en carbone. Toutefois, ce diagramme n'est valable que pour des aciers non alliés, c'est-à-dire ne contenant que du fer et du carbone. Certains éléments d'alliage favorisent l'élargissement de la phase γ (éléments gammagènes) et certains autres favorisent le cas inverse (éléments alphagènes). Il existe deux diagrammes fer-carbone, car il existe du carbone à l'état libre (graphite), et du carbone en combinaison chimique (cémentite). Il y a donc un diagramme fer-graphite (dit diagramme stable) et un diagramme fer-cémentite (dit diagramme métastable) [3].

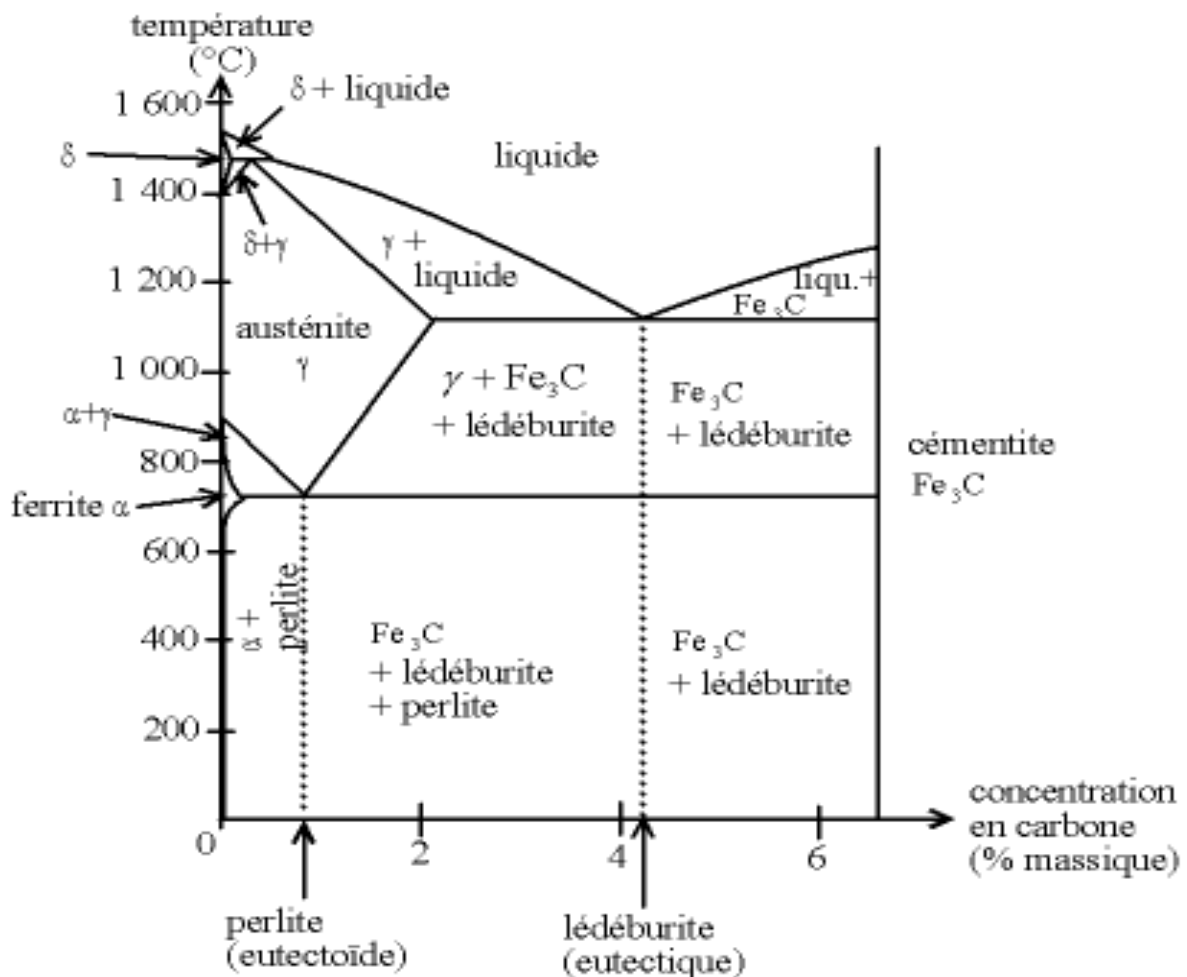


Figure (I-2): Diagramme de phase fer-carbone, permettant de visualiser les conditions d'existence des phases d'acier. [3]

La détermination des phases et des constituants d'un acier à une température donnée est fournie par la lecture du diagramme.

La structure du fer pur dépend de la température :

- En dessous de 721°C et au-dessus de 1394°C °C, le fer (fer α) a une structure cristalline cubique centrée (structure cristalline à température ambiante). Il ne dissout pratiquement pas le carbone, il est doux, très malléable.
- Entre 721°C et [910°C et 1394°C], le fer (fer γ) a une structure cristalline cubique à faces centrées. Il dissout facilement le carbone.

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

- les aciers hypoeutectoïdes (de 0,008 à 0,8 % de carbone) qui sont les plus doux, ils sont composés de ferrite et de perlite;
- les aciers eutectoïde (0,8% de carbone), ils sont composés de perlite (structure lamellaire);
- les aciers hypereutectoïdes (de 0,8 à 2,11 % de carbone) qui sont les plus durs, ils sont composés de perlite et de cémentite.

Et selon leur structure cristallographique on distingue :

- les aciers ferritiques, qui ont une structure cristalline cubique centrée (fer α);
- les aciers austénitiques, qui ont une structure cristalline cubique à faces centrées (fer γ ou austénite);
- les aciers martensitiques, qui contiennent des aiguilles de carbures (martensite).

I-1-6 Différentes phases des aciers

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

I-1-6-1 Ferrite

C'est une solution solide de carbone dans le fer α (structure cubique centrée). C'est de fer pratiquement pur qui ne contient que de traces de carbone (0.008%) à température ambiante et la solubilité maximale est de 0.02% à 727°C. La ferrite peut contenir en solution des éléments variés tel que le Cr, Ni, Si, P... Elle est très ductile ($A\%=10$), peu tenace ($R_m = 300\text{N/mm}^2$) et de dureté faible (de 80 à 100 HB) [4]. Au point de vue métallographique, la solution ferritique présente deux structures: globulaire et aciculaire (figure I-4).

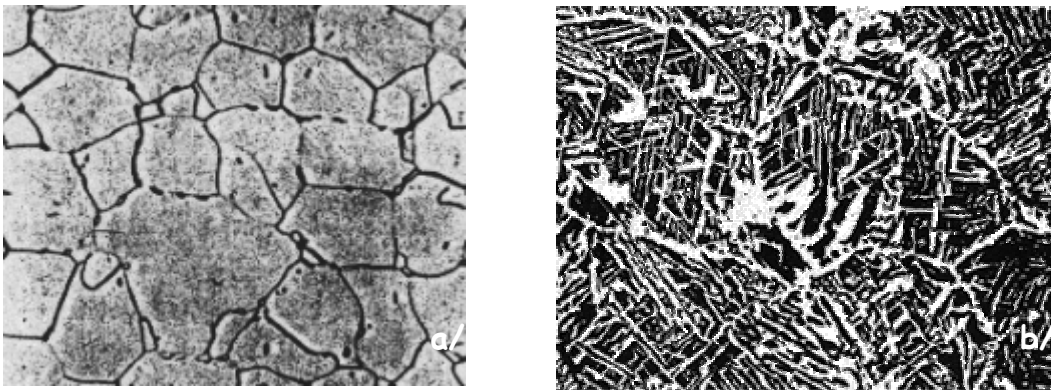


Fig. (I-3) - structure de ferrite : a/ granulaire b/ aciculaire. [4]

I-1-6-2 Austénite

L'austénite est une solution solide de carbone dans l'allotropie γ du fer, qui est stable entre 910°C et 1394°C. Cette allotropie a une structure cristallographique cubique à faces centrées, qui permet une grande solubilité du carbone (jusqu'à 2,1% massique à 1147°C). L'austénite est très ductile, facile à usiner et sa dureté est entre 240 et 300 HB [4].

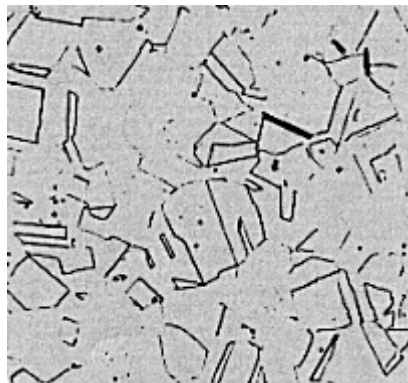


Figure (I-4) : micrographie de l'austénite. [4]

Certains éléments, manganèse et nickel, par exemple, augmentent la plage de stabilité de l'austénite; ils sont dits gammagènes. 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.

I-1-6-3 Cémentite (Fe_3C)

La cémentite est un composé chimique dont la formule est Fe_3C dont la structure est orthorhombique. Elle contient 6,67% de carbone et elle peut contenir des éléments tel que le Cr. Elle apparaît en blanc après attaque au Nital sans que l'on puisse distinguer les joints de grains. Elle est colorée en rouge brun par le picrate de sodium. C'est une combinaison très dure (750HB) mais cassante ($A=0\%$, $R_m=700N/mm^2$) [5]. Elle est présente dans d'autres constituants : perlite, troostite, sorbite.

I-1-6-4 Perlite

C'est un agrégat formé de 89% de ferrite et 11% de cémentite qui peut avoir deux aspects lamellaire ou globulaire (ou coalescée). Elle ne dissout pas le carbone, elle est ductile ($A\%=10$), tenace ($R_m = 850 N/mm^2$), dure (200 HB) et facile à usiner [4].



Fig. (I-5) : structure perlitique: a/ dans un acier eutectoïde et b/ dans un acier de 0.3% de carbone. [4]

Sous sa forme globulaire (figure I-5-b), elle se présente sous la forme d'une matrice ferritique, dans laquelle sont enchâssées des particules de cémentite. Sous sa forme lamellaire (figure I-5-a), des lamelles de ferrite et de cémentite dont l'épaisseur et les écarts dépendent de la vitesse de refroidissement. On distingue une alternance de bandes claires et sombres qui ne

représentent pas les constituants mais correspondent aux zones planes et inclinées de l'échantillon, provoquées par l'abrasion préférentielle causée par le polissage. A faible grossissement, les lamelles peuvent ne pas être distinctes.

I-1-6-5 Martensite

La martensite est une phase métastable obtenue par un refroidissement rapide de l'austénite. C'est une solution solide d'insertion sursaturée en carbone dans le fer α , de même composition que l'austénite initiale. La martensite cristallise dans le système quadratique. Elle possède une grande dureté ($HV > 800$) et une fragilité notable. Elle a une structure en aiguilles (plaques) (figure I-6) ou en lattes, visibles avec un grossissement suffisant, après attaque par les réactifs classiques [4].



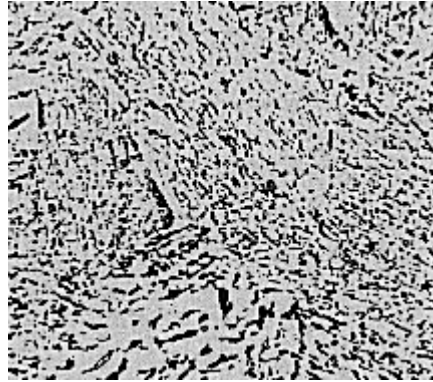
Fig. (I-6) : micrographie de la martensite. [4]

I-1-6-6 Bainite

Constituant de trempe intermédiaire, la structure a un aspect voisin de celui de la martensite, c'est un agrégat de ferrite et de carbures. C'est un constituant qui présente les mêmes phases que la perlite (ferrite et cémentite), mais de structure fine, souvent en aiguilles ce qui lui confère de bonnes propriétés mécaniques. Elle est dure et plutôt facile à usiner.

La bainite supérieure est une microstructure constituée de fines plaquettes de ferrite, chacune ayant environ 0.2 micromètres d'épaisseur. La bainite inférieure présente une microstructure et des caractéristiques cristallographiques très proches de celles de la bainite supérieure. La principale différence étant que les particules de cémentite précipitent dans les plaques de ferrite. La bainite granulaire est l'absence principalement de carbures dans la microstructure. Le carbone est rejeté dans l'austénite qui la stabilise, de telle sorte que la

microstructure finale contienne de l'austénite, un peu de martensite ceci à haute teneur en carbone, plus de la ferrite [4].



**Figure (I-7): structure bainitique dans un acier
de 0.22 % de carbone. [4]**

I-1-6-7 Troostite

C'est un agrégat lamellaire semblable à la perlite, mais de dimension microscopique et de dureté plus élevée, dureté supérieure à 400 HB. Souvent on rencontre la troostite avec la martensite, elle est précipitée par une trempe douce au cours de la décomposition de l'austénite.

La troostite attaquée par les réactifs habituels se présente en amas arrondis, de teinte plus foncée que les autres constituants. Avec de forts grossissements, on constate que les lamelles ont tendance à devenir moins parallèles, et on aboutit à des structures en "éventail" dans lesquelles les lamelles rayonnent à partir d'un centre [5].

I-1-6-8 Sorbite

Constituant extrêmement fin qui se forme au cours du réchauffage d'un acier trempé martensitique (revenu). Sa structure est constituée par de fins carbures de fer (Fe_3C cémentite) dans une matrice ferritique. La sorbite possède une bonne résilience et sa dureté est entre 250 et 400 HB [5].

I-1-7 Différentes familles des aciers

On classe les aciers en prenant pour critère, soit l'emploi (aciers d'usage général, aciers de construction mécanique), soit la composition chimique (aciers au carbone, aciers faiblement et fortement alliés), soit la structure notamment pour les aciers inoxydables (austénitiques,

austéno-ferritiques, martensitiques, ferritique), soit encore les traitements thermiques (trempe, cémentation, nitruration), soit même les applications spécifiques (réfractaires, résistants à l'usure, aciers à outils pour roulements, pour ressorts) [6].

Pour la classification par l'emploi, la désignation commence par la lettre S pour les aciers d'usage général et par la lettre E pour les aciers de construction mécanique. Le nombre qui suit indique la valeur minimale de la limite d'élasticité en megapascals par exemple : S220; E350.

Pour la classification par composition chimique; la désignation des aciers non alliés se compose de la lettre C suivie du pourcentage de la teneur moyenne en carbone multipliée par 100. S'il s'agit d'un acier moulé la désignation est précédée de la lettre G. Dans les aciers faiblement alliés, aucun élément d'addition ne dépasse 5% et la teneur en carbone multipliée par 100. Suivi des symboles chimiques caractérisant les éléments d'addition par ordre de teneur décroissante. Ces symboles sont suivis par la teneur en % de chacun des éléments multipliés par un facteur dépendant de l'élément. Par contre, dans les aciers fortement alliés, un élément d'addition au moins dépasse 5%. La désignation se compose de symbole X suivi de la teneur en carbone multipliée par 100. Suivent des symboles chimiques caractérisant les éléments d'addition par ordre de teneur décroissante. Ces symboles sont suivis par la teneur en % de chacun des éléments.

Les aciers de traitements thermiques sont définis par leur composition chimique. Celle-ci détermine le type de traitement qu'on peut leur appliquer. Les aciers de traitement thermique sont soit des aciers au carbone, soit des aciers alliés contenant en proportions variables, un ou plusieurs éléments d'addition (Cr, Ni, Mo, V, ...) comme par exemple C 32, 35 Ni Cr Mo 16, 20 Ni Cr 6, 16 Ni Cr 6.

Les aciers inoxydables comprennent un ensemble de familles d'alliages à base de fer dont la principale propriété est la résistance à la corrosion. Ce sont des aciers alliés au nickel et au chrome. Ces aciers contiennent au moins 10,5 % de chrome et moins de 1,2% de carbone. On distingue selon leurs structures: aciers inoxydables ferritique et martensitique, aciers inoxydables austénitiques et aciers inoxydables austéno-ferritiques.

I-1-8 Propriétés des aciers

Les aciers constituent une classe de matériaux très vaste possédant une large panoplie de caractéristiques mécaniques. Ils ont un module de Young d'environ 200 GPa, indépendamment

de leur composition. Les autres propriétés varient énormément en fonction de leur composition, des traitements thermiques et des traitements de surface auxquels ils ont été soumis [3] :

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

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

I-1-9 Conclusion

On appelle acier du fer qui contient moins de 2,11% de carbone à l'état dissout ou allié. Au dessus de cette concentration de carbone on obtient de la fonte. Ce que l'on appelle fer ordinaire est en réalité de l'acier doux à faible teneur en carbone (de 0.05% à 0.20%) qui ne prend pas la trempe. Les éléments que l'on y trouve tels que le phosphore, le soufre, le silicium, l'azote,... sont qualifiés d'impuretés. D'autres éléments sont volontairement ajoutés pour modifier les caractéristiques finales de l'acier. Ces aciers sont appelés aciers alliés. Chacun de ces éléments se caractérise par une tendance dominante soit à rester dissous dans la ferrite, soit à former avec le carbone un carbure analogue à la cémentite, ou de composition très différente. Comme l'acier ordinaire, les aciers alliés ont, le plus souvent, une structure à deux phases, ferrite et carbure, plus ou moins séparées: l'élément d'alliage se retrouve dans l'une ou l'autre de ces phases, parfois même dans les deux.

Les propriétés des aciers dépendent de natures des éléments d'additions et de traitements de surfaces et thermiques auxquels ils ont été soumis. Ces traitements offrent aux aciers des bonnes propriétés physiques et mécaniques nécessaires à l'utilisation optimale de ces matériaux.

I-2 Traitements thermiques des aciers

I-2-1 Introduction

La science des traitements thermiques repose sur l'existence et sur la possibilité de provoquer des transformations métallurgiques dans la structure cristalline des matériaux par application des cycles thermiques.

Le traitement thermique est le procédé mis en œuvre le plus souvent, grâce auquel les propriétés des aciers sont améliorées et donc modifiées afin qu'elles correspondent précisément aux conditions de production et d'utilisation. Associés à ces traitements, les aciers proposent le plus large éventail de choix en terme de propriétés mécaniques et physiques de tous matériaux métalliques. Ces techniques, souvent complémentaires, prennent de plus en plus d'importance. Elles apportent une forte valeur ajoutée aux matériaux utilisés dans des conditions d'emplois sévères.

I-2-2 Buts

Les opérations de traitement thermiques ont pour but de communiquer à l'acier les meilleures propriétés mécaniques, chimiques ou physiques possibles en vue de son emploi. Elles permettent d'agir dans une large mesure sur les caractéristiques mécaniques des aciers.

Elles agissent principalement sur la dureté, la résilience, la résistance à la rupture, aux chocs et à l'usure. Elles ont aussi un effet sur les propriétés tribologiques (frottement), la résistance à la corrosion, la résistance à la fatigue, la tenue aux hautes températures et la résistance mécanique.

I-2-3 Principe

Une opération de traitement thermique d'une pièce d'acier consiste à lui faire subir des transformations de structure grâce à un cycle thermique comprenant un chauffage selon une allure imposée, un maintien à une ou plusieurs températures, un refroidissement à une vitesse déterminée. Ce procédé est souvent couplé avec l'emploi d'une atmosphère contrôlée lors de la mise en température de la pièce, soit pour éviter son oxydation, soit pour effectuer un apport moléculaire à sa surface (par exemple, du carbone ou de l'azote pour l'acier pour améliorer les caractéristiques mécaniques externes).

D'une façon générale, un traitement thermique ne modifie pas la composition chimique d'un alliage (sauf parfois les couches superficielles de manière volontaire ou involontaire), mais peut modifier la constitution (état du carbone et forme allotropique du fer), la structure (grosseur du grain et répartition des constituants) et l'état mécanique.

I-2-4 Procédés des traitements thermiques d'aciers

Les traitements thermiques se répartissent en deux grandes catégories : les traitements de durcissement (trempe, cémentation...) et les traitements d'adoucissement (recuits...).

Ils se classent également selon qu'ils ont :

- Pour effet de modifier en profondeur les propriétés du matériau dans toute la section ou toute la masse du produit traité : traitement dans la masse ou traitements thermiques volumiques (trempe, revenu, recuit).
- Pour effet de modifier superficiellement les propriétés du matériau sur une profondeur limitée : traitements superficiels ou traitements thermiques de surface (trempe superficielle, traitements thermochimiques de diffusion).

I-2-5 Traitements thermiques volumiques des aciers

Les traitements thermiques volumiques sont les traitements de trempe, de revenu et de recuit. Ces traitements très anciennement pratiqués comportent un refroidissement continu. Ils intéressent toute la pièce et ne comprennent pas les traitements dits superficiels.

I-2-5-1 Trempe

La trempe est un traitement thermique qui consiste à chauffer l'acier à une température d'austénitisation égale à une température dépassant A_3 et A_m . Le maintenir un certain temps à cette température afin de permettre aux transformations internes de se produire dans toute la masse. Le refroidir suffisamment vite par immersion dans un fluide (eau, huile, bain de sel) [6]. Les trois facteurs de trempe sont :

- La teneur en carbone qui conditionne l'augmentation possible de dureté. Si la teneur de carbone est inférieure à 0.25% alors l'acier ne prend pas la trempe [7].

- La température de trempe doit permettre la formation d'austénite (la température doit être supérieure de 50°C par rapport au seuil de formation de l'austénite).
- La vitesse de trempe de refroidissement doit être suffisamment rapide pour permettre l'augmentation de dureté. La plus petite vitesse de refroidissement correspondant à une dureté de trempe acceptable est appelée vitesse critique de trempe. En fonction de la vitesse de refroidissement et de la composition chimique, l'austénite se transforme en martensite, bainite ou troostite. Ainsi, on obtient :
 - a. la troostite quand le refroidissement est moyennement rapide.
 - b. la bainite quand le refroidissement est assez rapide.
 - c. la martensite quand le refroidissement est très rapide.

Après la trempe, on obtient les modifications suivantes sur les caractéristiques mécaniques : la résistance à la rupture (R_m), la limite élastique (R_e) et la dureté (H), s'améliorent. L'allongement ($A\%$) et la résilience (K) chutent.

I-2-5-2 Revenu

Le revenu est un traitement thermique qui suit la trempe. Une pièce d'acier n'est que très rarement utilisée à l'état simplement trempé car elle est souvent plus dure que nécessaire. De plus, elle est très fragile, car elle est le siège de contraintes mécaniques importantes... [3].

Il a pour but de diminuer les effets de la trempe en augmentant la résilience K et la ductilité $A\%$, en abaissant la résistance à la traction R_m et la dureté H_v , en vue d'adapter les caractéristiques mécaniques de la pièce à son utilisation.

Dans le but d'obtenir un bon compromis, une bonne résistance et une bonne résilience, le principe consistera à chauffer l'acier à une température inférieure à A_{c1} , c'est-à-dire en dessous de la température d'austénitisation. Elle varie également en fonction du type d'acier et des résultats désirés. Le maintenir en température pendant un certain temps compris entre une heure et trois heures en fonction de dimensions de la pièce. Le refroidir à une vitesse variable suivant l'alliage traité (généralement le refroidissement est lent et se fait à l'air, à l'huile, en bain de sels fondus,...) [8].

Pour obtenir de grandes duretés et de grandes résistances mécaniques sur des structures martensitiques (trempe complète) ou des pièces d'acier à haute résistance, le revenu sera effectué

à une température inférieure à 200°C (revenu de détente). Il diminue légèrement la résistance à la rupture mais augmente la limite élastique et améliore la ductilité.

I-2-5-3 Recuit

Le recuit permet d'annuler les effets de traitements thermiques ou mécaniques précédents du matériau pour lui rendre ses propriétés antérieures. Il consiste à chauffer jusqu'à l'austénitisation totale de la pièce d'acier, puis on laisse refroidir lentement.

Ainsi, il existe le recuit d'homogénéisation, qui permet d'éliminer les hétérogénéités chimiques. Ce recuit a lieu de 950 à 1200°C puis est suivi par un refroidissement de 20 à 60°C par heure. Il existe aussi le recuit d'adoucissement, cela permet d'abaisser la dureté du matériau. Mais aussi le recuit de normalisation a pour but d'affiner le grain d'une pièce qui a subi un maintien à haute température (moulage, forgeage...). Enfin, le recuit de détente (ou stabilisation ou relaxation) permet d'éliminer les structures internes produites par le soudage ou la mise en forme. Il s'effectue entre 600°C et 650°C suivi d'un refroidissement lent [9].

I-2-6 Traitements thermiques superficiels des aciers

I-2-6-1 Principe et but

Les traitements thermiques superficiels des aciers ont pour but l'obtention d'une dureté élevée en surface jointe à une ténacité et une ductilité importantes à cœur "peau dure et cœur tendre". Ces deux types de propriétés sont antagonistes : quand l'une augmente l'autre diminue. Or le matériau idéal doit être résistant tout en se mettant en forme facilement. Donc il faut concilier les deux propriétés. On peut obtenir ce résultat par une modification de la zone superficielle de la pièce d'acier soit par un traitement thermique localisé (chauffage superficiel et trempe), soit par un traitement thermochimique de diffusion d'un élément métallique (aluminium, chrome...) ou d'un élément non métallique (carbone, azote, soufre, bore) par voie solide, liquide, gazeuse ou ionique.

Il y a des traitements thermochimiques suivi d'un traitement thermique affectant la zone modifiée (la trempe), on rencontre ainsi la cémentation et la carbonituration, et il y a d'autres traitements par mise en contact avec un milieu adapté non suivis de traitements thermiques comme la nitruration, la sulfuration, la boruration, l'aluminisation, la manganisation, la siliciuration, ...

Les traitements thermiques superficiels des pièces d'aciers se développent de la surface vers l'intérieure de la pièce sur une couche de faible épaisseur.

I-2-6-2 Trempe superficielle

La trempe superficielle a pour but de communiquer à l'acier une grande dureté en surface tout en conservant un bon allongement et une bonne ductilité du coeur de la pièce. Elle est un procédé de traitement thermique qui modifie la structure de surfaces d'aciers sans toutefois changer leur composition chimique. C'est le seul traitement thermique faisable sur les très grosses pièces [10]. Pour effectuer une trempe il faut chauffer localement la surface d'une pièce en acier jusqu'à température d'austénitisation, puis on refroidit avec une vitesse suffisante pour obtenir une trempe (apparition de martensite). Le refroidissement se fait par une trempe à l'eau.

Le traitement étant superficiel, l'acier utilisé ne nécessite pas de trempabilité importante d'où l'emploi d'aciers faiblement ou non alliés. La teneur de carbone est inférieure à 0,5% pour éviter les tapures et les risques d'austénite résiduelle comme par exemple : C 42 TS (0.42% C), 45 Mn 4 TS (1% Mn), 42 C4 TS (1% Cr).

Dans ce traitement, seul le moyen de chauffage diffère d'un procédé à l'autre. Il existe plusieurs techniques de chauffage :

a. Trempe au chalumeau (technique classique)

La chaleur provient d'un brûleur spécial, le refroidissement se fait avec de l'eau, de l'huile ou de l'air comprimé. La pénétration de trempe peut atteindre 40 mm. La vitesse de chauffe est élevée (200°C/s) et le temps de maintien est faible [10].

b. Trempe par induction

Dans une trempe par induction, la chaleur est générée directement dans la pièce. Le champ magnétique alternatif généré par l'inducteur induit du courant électrique dans la pièce à tremper. Le courant ne provoque une brutale élévation de la température du métal qu'à la superficie de la pièce [10].

c. Techniques modernes

Ces types de chauffage sont caractérisés par : chauffage très élevé (5 à 10000°/s) qui va diminuer le temps de chauffage, et très bonne maîtrise de l'épaisseur (épaisseur traité de

quelques micromètres) [10]. Ils sont plutôt utilisés dans les traitements pour accroître la résistance au frottement. Ces techniques sont: bombardement électronique, faisceau laser, torche à plasma.

I-2-6-3 Traitements thermochimiques de diffusion

I-2-6-3-1 Principe et buts

Un traitement thermochimique d'aciers est un traitement thermique effectué dans un milieu particulier. Ce milieu a pour fonction d'apporter un ou plusieurs éléments chimiques (métaux ou métalloïdes), qui vont enrichir la surface du matériau et diffuser jusqu'à une certaine profondeur.

L'enrichissement de ces éléments va modifier, sous une épaisseur plus ou moins importante, la composition initiale des aciers. La modification a lieu sous une température élevée pour assurer l'interdiffusion de l'élément suivant des lois bien déterminées et suivant les conditions particulières à chaque élément. Les atomes des éléments étrangers, formant des solutions solides le plus souvent interstitielles, distordent les réseaux cristallins et augmentent la dureté superficielle en créant des contraintes résiduelles de compression, ce qui améliore la résistance à la corrosion et à la fatigue [11]. Donc, ce traitement confère à la pièce d'acier des propriétés superficielles nouvelles: augmentation de la dureté, de la résistance au grippage, à l'usure, à la corrosion et la tenue en fatigue.

I-2-6-3-2 Procédés des traitements thermochimiques de diffusion

Les éléments le plus couramment incorporés par diffusion sont le carbone et l'azote; mais les diffusions de soufre sont également utilisées.

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

frottements mais diminution de la protection contre la corrosion. Il y a d'autres traitements comme la boruration, l'aluminisation, la siliciuration, la chromisation, la manganisation...

L'épaisseur de traitement doit être faible (pas plus de 10 mm), il nous faut donc des aciers avec une faible trempabilité c'est pour ça ils évitent l'emploi d'aciers fortement alliés en rendant possible l'utilisation d'acier moins coûteux comme les aciers au carbone (sans autre élément d'addition que les éléments d'accompagnement, Mn et Si) comme C20, C60, C42, C35 et certains aciers faiblement alliés, par exemple, 25CrMo4, 42CrMo4, 35CrMo4 [12].

I-2-7 Conclusion

L'objectif d'un traitement thermique est d'adapter les caractéristiques d'un métal à son utilisation en agissant sur sa constitution et sur sa structure, tout en évitant de détruire l'état d'équilibre mécanique. En effet, toute utilisation rationnelle d'un alliage implique généralement un traitement thermique approprié.

Les traitements thermiques sont des opérations de chauffage suivi de refroidissement qui ont pour but de donner à une pièce mécanique les propriétés les plus convenables pour son emploi. Il existe des traitements thermiques volumiques (classiques) et superficielles.

Les traitements thermiques classiques sont les traitements de trempe, de revenu et de recuit. Ces traitements très anciennement intéressent toute la pièce. Tandis que, les traitements thermiques de surface consistent à modifier superficiellement la structure cristalline d'une pièce soit par un chauffage suivi d'une trempe, ou bien par un chauffage à une température déterminée en présence d'éléments chimiques capables de phénomènes de mise en solution, on obtient ainsi des pièces à âme douce et périphérie dure : "peau dur et cœur tendre".

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

Chapitre II:

La cémentation des aciers

II-1 Introduction

De nombreuses applications nécessitent l'utilisation d'un acier présentant une bonne résistance à l'adoucissement aux températures de fonctionnement. On peut citer, à titre d'exemple, les pignons, roulements, arbres à cames et autres pièces utilisées dans les systèmes de distribution des moteurs thermiques. De plus, les zones superficielles des pièces d'aciers soumises à des sollicitations mécaniques ont un rôle important car leurs propriétés conditionnent la tenue à l'usure, à l'abrasion et à la fatigue. On cherche donc souvent à réaliser des couches superficielles de dureté élevée reposant sur un cœur résistant. La cémentation apparaît comme le meilleur compromis.

Dans ce chapitre, on rappelle l'étude du traitement de la cémentation des aciers, les mécanismes de base et les différentes techniques, les phénomènes essentiels résident dans la modification d'une couche superficielle de la pièce traitée liée à l'apport d'éléments durcissants (carbone) et à la présence de la structure martensitique à cause de la trempe et l'effet de revenu effectué après la trempe sur les constituants. Puis, on introduit l'influence de la composition chimique surtout des éléments d'addition sur les propriétés mécaniques obtenus. Ensuite, on appelle le comportement de la pièce d'acier et discute les critères d'obtention de microstructure, ainsi que la structure des couches cémentées.

II-2 But de cémentation

La cémentation est le plus ancien traitement thermochimique de durcissement superficiel d'aciers maîtrisé par l'homme utilisé pour produire une combinaison de propriétés impossibles à obtenir autrement, à savoir, une dureté élevée en surface jointe à une bonne ductilité à cœur.

Il en résulte un véritable matériau composite dont la structure macroscopiquement hétérogène présente une âme résiliente et une zone superficielle de grande dureté avec augmentation simultanée de la résistance à l'usure, à l'abrasion et à la fatigue.

II-3 Principe de cémentation

La cémentation est une opération chimique qui consiste à faire absorber du carbone par des pièces en acier doux et demi doux (la teneur de carbone généralement comprise entre 0,1 % et 0.2%). Il suffit pour cela de chauffer la pièce à cémenter à une température suffisante, nécessaire à la formation de la structure austénitique et favorise la diffusion du carbone, en

présence d'une source riche en carbone, charbon de bois + carbonate de baryum ou sels alcalins + cyanure de potassium ou gaz carbonique + gaz d'hydrocarbure. La couche superficielle absorbe le carbone et se transforme en acier très carburé. Par refroidissement rapide (trempe à l'huile), la structure de cet acier passe d'austénitique à martensitique, structure contenant des carbures de fer durs et cassants. Après la trempe, les pièces subissent un revenu, qui a pour but de diminuer les effets de la trempe en augmentant la résilience et d'abaisser la fragilité et la dureté de la couche cémentée.

La cémentation se réalise à une température comprise généralement entre 870°C et 1100°C (selon les aciers). La durée de traitement dépend de la profondeur désirée qui se situe le plus souvent dans un domaine de profondeur : de 0,01 à plusieurs millimètres. Les profondeurs de traitement pouvant être réalisées sont en fonction de la durée du cycle thermique et de la matière employée. L'épaisseur de cémentation est conventionnellement fixée à l'épaisseur de la zone qui, après trempe, a une dureté supérieure à 550 HV. Les duretés obtenues sont en fonction des nuances utilisées et des processus de fabrication, elles vont de 650 Hv minimum à 950 Hv maximum [7].

II-4 Acier de cémentation

La surface d'un acier ne pouvant normalement pas être trempé est cémentée superficiellement au carbone. Ainsi, cette couche superficielle est transformée en acier très carburé pouvant être trempé. Donc, la cémentation s'emploie sur des pièces d'aciers à faible pourcentage en carbone ($C < 0,25\%$), non trempant, possédant une bonne ductilité dont l'âme doit conserver une certaine élasticité, alors que la surface doit avoir une grande dureté. Les aciers utilisés dans le cas général sont les aciers non alliés (C10, C12, C20 par exemple) et les aciers alliés, par exemple, 10NiCr6, 16NiCr6, 16MnCr5, 18CrMo4, 16NiCrMo13, 18NiCrMo6.

II-5 Étapes de cémentation

II-5-1 Étape d'enrichissement en carbone

C'est l'étape thermochimique du traitement. Par mise en contact avec un milieu cémentant, on forme à la surface de l'acier (teneur initiale en carbone 0,1 à 0,2% C) une couche superficielle plus ou moins enrichie en carbone. Les teneurs atteintes en surface varient selon les applications de 0,7 à 1,2% de carbone en général [13]. Deux phénomènes en fait interviennent

simultanément : une réaction chimique qui fournit du carbone à la surface du métal et un processus de diffusion de l'élément de carbone dans la zone superficielle, de la surface vers l'intérieur de la pièce.

Cette opération se fait à haute température (870–950°C) pour être en phase austénitique pour deux raisons : le carbone étant plus soluble en phase austénitique qu'en phase ferritique, de plus la diffusion étant facilitée par la température et on doit partir de cette phase pour assurer la formation de la martensite. Une température plus élevée (950°C-1000°C) risquerait de provoquer un grossissement des grains d'austénite [13].

II-5-1-1 Réactions chimiques pendant l'enrichissement en carbone

Dans cette étape, il y a une création du carbone actif, qui va diffuser dans la couche superficielle, par suite de réactions chimiques. La source de carbone est appelée ciment. On peut utiliser un ciment solide, liquide ou gazeux. La cémentation peut être réalisée en caisse à l'aide d'un ciment solide, sous atmosphère contrôlée, dans un bain de sels actifs ou sous vide (basse pression) assistée ou non par plasma.

a. Cémentation solide (en caisse)

Le principe consiste à noyer les pièces dans un ciment solide à base de charbon de bois. Ce ciment est pulvérisé ou granulé et additionné d'adjuvants (20 à 40 % de carbonate de baryum (BaCO_3), lequel facilite la circulation des gaz à travers les caisses [13]. Celles-ci sont scellées, puis portées en température de traitement vers (870°C à 930 °C) pendant un temps très long (environ 1 heure pour 0,2 mm traité) [14]. Il se crée, au contact des pièces, une atmosphère riche en oxyde de carbone CO qui va permettre la cémentation.

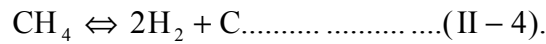
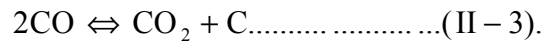
Dans ces conditions, le carbone est absorbé par les couches superficielles et l'on obtient une teneur en carbone d'environ 1,0 %. En huit heures environ on obtient une profondeur de cémentation qui peut atteindre 1,6 mm.

C'est une technique pratiquement abandonnée, qui conserve cependant un intérêt pour le traitement des pièces de grandes dimensions et qui n'exige pas d'installation spéciale.

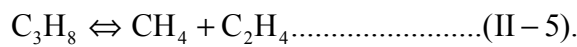
b. Cémentation gazeuse

L'atmosphère des fours est constituée par un gaz porteur auquel sont ajoutés du méthane (CH_4) ou du propane (C_3H_8). Les additions d'hydrocarbures au gaz porteur dépendent du besoin

en carbone de la charge. Le gaz porteur est produit le plus souvent par un générateur endothermique par exemple 1 volume de méthane et 2,4 volumes d'air on obtient un gaz constitué de 20% CO, 40% N₂, 40% H₂ et des quantités minimales de CH₄, CO₂ et H₂O, les deux dernières étant éliminées avant introduction dans le four pour obtenir un gaz réducteur [13]. Les deux réactions de production de carbone sont :



Dans le cas de propane :



L'opération s'effectue à environ 950°C et dure plusieurs heures. La vitesse de pénétration est de l'ordre de 0,4mm/h [14].

La cémentation gazeuse permet de contrôler très exactement la profondeur de cémentation et elle est plus rapide que la cémentation en caisse, car le temps nécessaire pour chauffer le matériel se trouve économisé. Ce procédé nécessite toutefois des investissements importants et son emploi ne peut donc être envisagé que pour des traitements de grandes séries de pièces.

c. Cémentation en bains de sels

Les pièces sont immergées dans un bain de sels fondus maintenu à la température choisie pour la réaction chimique et la diffusion. L'agent de carburation a pour base le groupe des cyanures alcalins. Le ciment liquide contient de cyanure dont le rôle est d'accélérer la diffusion du carbone dans l'acier (la pénétration est de l'ordre 0.33mm/h). Le traitement s'effectue de 700 à 900 °C [13].

La cémentation en bains de sels présente les inconvénients liés au retraitement des déchets à base de cyanure et aux risques de pollution. Elle est plutôt réservée au traitement de petites pièces.

d. Cémentation ionique

La pièce à cémenter est placée en cathode. On crée une différence de potentiel (un champ électrique qui va créer un plasma à partir de l'atmosphère introduite dans l'enceinte). On introduit sous faible pression un hydrocarbure. Avec le champ, ils se dissocient en carbone actif et H₂. Le carbone actif diffuse d'autant mieux qu'il est actif dans la surface. Le transfert du carbone dans l'acier est rapide.

Les cémentations « basse pression » et « assistée plasma ou ionique » sont utilisées pour le traitement de pièces petites ou moyennes. Elles permettent d'obtenir une bonne qualité de la couche cémentée qui conduit, grâce à l'absence d'oxydation interne, à des caractéristiques de tenue en fatigue supérieures à celles obtenues avec les autres procédés [15].

II-5-1-2 Diffusion du carbone

La diffusion du carbone à la surface résulte de la recherche d'un équilibre entre la concentration de carbone provenant du milieu carburant et la concentration initial en carbone de l'acier.

De manière générale, la cémentation conduit à un gradient de carbone à travers la couche de l'acier via un processus de diffusion obéissant aux lois de la diffusion proposées par Fick. La relation (II-6) est appelée première loi de Fick :

$$j = -D \left(\frac{dC}{dx} \right) \dots \dots \dots (II - 6).$$

Où : j : flux par unité de surface.

D : est le coefficient de diffusion exprimé en cm²/s.

dC/dx : gradient de concentration.

L'application de cette loi aux faces opposées d'un cube élémentaire, conduit à l'expression suivante, connue sous le nom de seconde loi de Fick:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \cdot \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \dots \dots \dots (II - 7).$$

La résolution de cette équation, si on suppose D indépendant de la concentration, pour les conditions initiales et aux limites suivantes :

- $C = f(x, t)$: concentration en carbone à la distance de la surface.
- $C(x, 0) = C_0$: concentration initiale de l'acier.
- $C(0, t) = C_s$: l'apport de carbone par le milieu cémentant.

Donne l'expression suivante dans le cas d'un milieu semi infini avec une concentration de surface constante :

$$\frac{C_s - C}{C_s - C_0} = \operatorname{erf}\left[\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right] \dots\dots\dots(\text{II} - 8).$$

C'est dans cette équation que la plupart des relations empiriques trouvent leur origine. On peut constater que pour une concentration initiale nulle ($C_0 = 0$), le seul paramètre impliqué est le rapport sans dimension ($x/2\sqrt{Dt}$), il s'en suit les règles suivantes :

- La diffusion à la surface pour laquelle on obtient une concentration donnée, est proportionnelle à la racine carrée de la durée de traitement.
- La durée nécessaire pour obtenir une concentration fixée à une profondeur donnée est proportionnelle au carré de la distance et inversement proportionnelle au coefficient de diffusion.

En réalité le coefficient de diffusion n'est pas constant, il varie avec la concentration et la solution de l'équation de diffusion donnée plus haut ne saurait être utilisée en pratique que comme méthode d'approximation.

II-5-2 Étape de trempe

II-5-2-1 But

L'opération de diffusion de carbone est toujours suivie d'une opération de trempe (plus rapide) dont le but est d'obtenir le durcissement de la couche enrichie par formation de martensite (trempe martensitique). En outre, le durcissement par trempe martensitique crée des contraintes de compression dans la zone superficielle de la pièce dont la tenue en fatigue est ainsi améliorée.

II-5-2-2 Principe

La trempe martensitique consiste à amener rapidement un acier austénitique à une température inférieure à la valeur critique M_s , température de début de transformation martensitique, généralement inférieure ou égale à 20°C. Ce procédé porte aussi le nom de trempe étagée.

Dans le bain de trempe, la pièce est maintenue pendant le temps nécessaire à l'obtention d'une température uniforme sur toute la section de la pièce. Ensuite, on laisse refroidir la pièce à l'air jusqu'à la température ambiante. La transformation amorcée dans le bain d'huile (ou de sels) s'achève pendant le refroidissement à l'air; d'où le nom de trempe étagée. Les températures de refroidissement peuvent descendre à 80°C après arrêt à la température ambiante. Pendant ce refroidissement, l'austénite se transforme en martensite. Cette trempe martensitique est souvent suivie d'un revenu, comme dans la trempe classique.

Les paramètres principaux de cette trempe sont le taux de carbone dissous (la dureté de la martensite augmente avec l'augmentation de la teneur en carbone), la vitesse de refroidissement qui doit être suffisamment rapide pour permettre l'augmentation de dureté (formation de martensite), ainsi que les proportions de certains additifs qui sont présents dans les aciers de cémentation pour améliorer leur aptitude à subir la transformation martensitique (trempabilité) comme le chrome, le manganèse et le molybdène.

II-5-2-3 Transformation martensitique

a. Cinétique de transformation

La structure métastable obtenue par la trempe et, par conséquent, les caractéristiques mécaniques de l'alliage sont nettement différentes de celles de l'état d'équilibre résultant d'un refroidissement lent. Dans le domaine austénitique, le fer a une structure cubique à faces centrées (fer γ) qui possède des sites interstitiels plus grands que dans la structure cubique centrée (fer α), ce qui permet au carbone de se dissoudre beaucoup mieux dans le fer γ que dans le fer α . Si on le soumet maintenant à un refroidissement lent et en équilibre, il y aura précipitation du carbone et on retournera à l'état initial avant l'austénitisation, chose qui ne nous intéresse pas car on n'aura pas obtenu le durcissement souhaité. Par contre, si le refroidissement se produit à une vitesse assez rapide, la précipitation est empêchée et en conséquence la matrice de fer est contrainte par les atomes de carbone. De cette façon, on obtient le durcissement. Ce traitement de trempe

transforme l'austénite en martensite, qui présente une dureté proportionnelle à la teneur en carbone [16].

b. Mécanisme de transformation

Le terme transformation martensitique est à l'origine associé à la transformation qui se produit lors de la trempe des aciers : l'austénite formée à haute température se transforme en martensite, par refroidissement rapide, sans diffusion. Par extension, le terme transformation martensitique désigne des transitions se produisant dans un certain nombre d'alliages et présentant des caractéristiques analogues décrites par la définition suivante :

"La transformation martensitique est une transition structurale displacive du premier ordre présentant une déformation homogène de réseau cristallographique, constituée essentiellement d'un cisaillement" [17].

Cette transformation est une transformation displacive (par cisaillement) : les déplacements atomiques sont faibles (inférieurs aux dimensions de la maille). Le réseau subit un cisaillement homogène qui s'effectue par un mouvement coopératif des atomes. La transformation s'accompagne d'un léger changement de volume. Cette transformation se propage de façon indépendante du temps, par un déplacement des interfaces entre les deux phases [18].

C'est une transformation de phase du premier ordre : les deux phases coexistent et il existe une interface entre l'austénite et la martensite. Elle se manifeste par un changement de structure cristalline qui se produit par un déplacement coordonné des atomes sur quelques distances interatomiques. C'est pourquoi la transformation martensitique est sans diffusion. L'absence de diffusion implique non seulement que la phase austénitique (phase mère) et la martensite ont la même composition chimique, mais que de plus, la martensite hérite de l'ordre et des défauts de la phase mère [19].

c. Martensite

La martensite possède une structure quadratique centrée (figure (II-1-a)). Les atomes de carbone sont distribués sur les sites interstitiels octaédriques en position $(0, 0, \frac{1}{2})$ (milieu des arêtes parallèles à l'axe c) et $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$ (base de la maille). Ainsi, la martensite est une solution solide sursaturée en carbone dans le fer α . Cette sursaturation en carbone entraîne une distorsion du réseau de la maille qui devient quadratique, distorsion d'autant plus marquée que la teneur en carbone est élevée [19].

Les paramètres de maille de la martensite c et a sont en fonction de la teneur en éléments d'insertion et plus particulièrement en carbone. Cette dépendance a été vérifiée dans plusieurs études ([20] et [21]), (figure (II-1-b)). Kurdjumov [21] propose une relation linéaire entre les paramètres de mailles "c" et "a" et la teneur en carbone de la martensite :

$$c \text{ (nm)} = a_0 + 0.118 \cdot \%C \text{ [22]} \quad \text{et} \quad a \text{ (nm)} = a_0 - 0.115 \cdot \%C \text{ [23]}.$$

Où : a_0 est le paramètre de la maille cubique centrée du fer α .

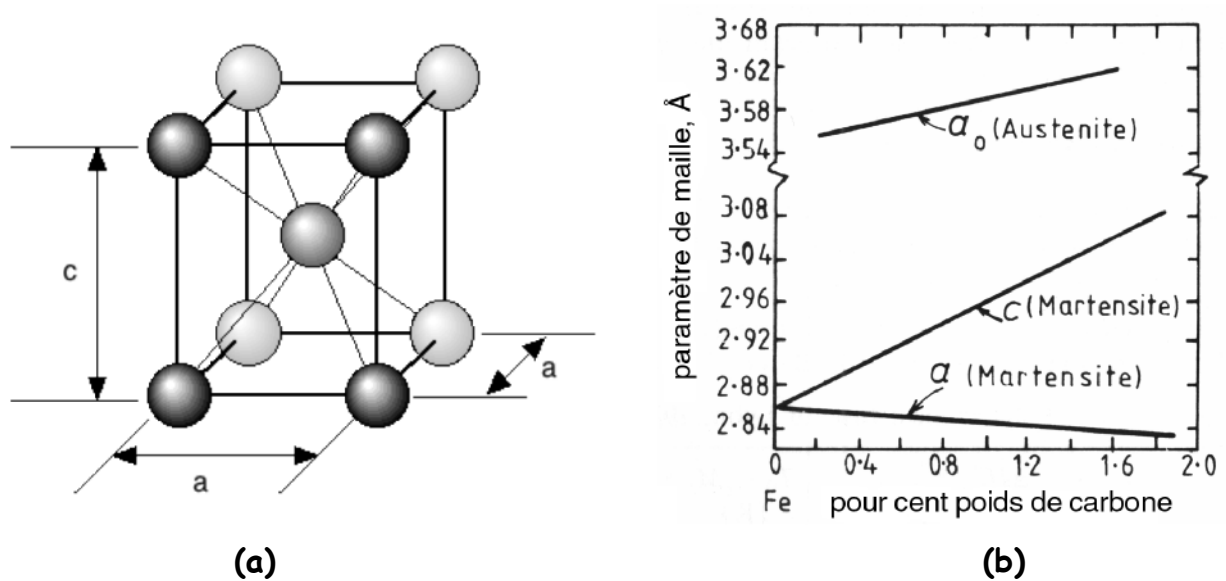


Figure (II-1) : (a) Distorsion tétragonale de la cellule élémentaire de la martensite et (b) l'ampleur de la martensite en fonction de la teneur en carbone. [19]

d. Durcissement

Le durcissement de la martensite est d'ordre physico-chimique; chaque atome de carbone, plus volumineux que l'interstice où il est inséré (l'atome de carbone a un diamètre vaut 0,63 fois celui de l'atome de fer), 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. En même temps, ce durcissement provoque aussi des effets indésirables comme par exemple une augmentation de la fragilité du matériau. C'est pour cette raison que souvent, après la trempe, on applique le revenu.

II-5-3 Étape de revenu

II-5-3-1 But

C'est un traitement complémentaire à la trempe. Il diminue ses effets, il supprime les tensions internes; par conséquent, il permet de contrôler exactement les propriétés mécaniques de l'acier en réduisant dans une certaine mesure sa dureté et sa résistance à la traction, mais en augmentant sa ductilité, c'est-à-dire son coefficient d'allongement et sa résilience par affinage de la structure et de la dispersion des carbures de fer dans la ferrite.

II-5-3-2 Principe

On effectue un revenu immédiatement après la trempe sur les pièces complètement refroidies pour être certain que la transformation martensitique est terminée. Le revenu consiste à chauffer une pièce trempée à une température déterminée, on maintient cette température puis on refroidit.

La température de revenu est inférieure à 723°C, c'est-à-dire en dessous de la température d'austénitisation. Elle varie également en fonction du type d'acier et des résultats désirés. Elle devra être d'autant plus élevée que l'on voudra garder moins de dureté au profit de la résilience. Pour obtenir de grandes duretés et de grandes résistances mécaniques sur des structures martensitiques (trempe complète), le revenu sera effectué à une température comprise entre 100 et 200°C (revenu de détente), il diminue légèrement la résistance à la rupture mais augmente la limite élastique et améliore la ductilité [8].

Le réchauffage doit être conduit lentement au début du revenu, une trop brusque élévation de température pouvant produire des contraintes internes, d'une part à cause du gradient de température de la surface au noyau, d'autre part par suite de la contraction de la martensite chauffée. La durée du revenu est minimum une heure et s'allonge en fonction de l'épaisseur des pièces. Au-delà d'une heure, les transformations sont très lentes.

Comme le revenu se pratique à une température inférieure au point de transformation de l'acier, celui-ci en se refroidissant ne traversera aucune région de transformation, et la vitesse de refroidissement ne pourra avoir d'influence sur la structure. Cependant, il est conseillé d'éviter un refroidissement trop violent qui pourrait provoquer des tensions internes. On peut donc, si on

désire hâter le travail, refroidir les pièces à l'huile ou à l'eau, mais, si on le préfère, on peut simplement laisser refroidir à l'air ambiant après revenu.

II-5-3-3 Effet de revenu

Dans le cas de cémentation, le revenu a un effet sur la ténacité des couches enrichies de carbone. L'effet de revenu se porte sur la structure martensitique. L'état martensitique pure, sans austénite résiduelle s'obtient pour les aciers hypereutectoïdes refroidis vers 200°C [24]. Les réactions au cours du revenu varient avec le temps et surtout avec la température. Ce dernier paramètre a un effet sur la structure de la martensite selon les intervalles de températures suivants:

- Vers 100°C-150°C, la martensite initiale dite (α') (réseau quadratique) se décompose et donne carbure-epsilon et α'' , avec epsilon est un carbure de fer hexagonal (semblable à la composition Fe_2C) et α'' est martensite à faible teneur de carbone.
- De 200°C à 400°C, la martensite α'' perd progressivement son carbone sous forme de cémentite et donne ferrite (α) + cémentite (Fe_3C).
- De 280°C à 350°C, transformation de carbure epsilon en réagissant sur la ferrite qui l'entoure et qui devient ainsi un carbure-kappa plus pauvre en carbone. Kappa est un carbure de fer de structure orthorombique ($\sim \text{Fe}_5\text{C}_2$).
- De 450°C à 500°C, transformation du carbure kappa en réagissant avec la ferrite donnant Fe_3C (cémentite).

Dans le cas des aciers trempés non entièrement martensitiques, si l'acier contient de l'austénite résiduelle, celle-ci se décompose à partir d'environ 250°C et jusqu'à 50°C, selon des réactions qui se superposent aux précédentes en les masquant plus ou moins. Finalement, on arrive à l'état ferrite + cémentite. Tandis que, s'il contient des constituants en équilibre physico-chimique (perlite, troostite, ferrite, cémentite), cas d'une trempe incomplète, lors du revenu, ces constituants ne peuvent subir que des variations de dimensions et de forme [24].

II-6 Rôle des éléments d'alliage sur la cémentation

Les aciers de cémentation contiennent une faible teneur en carbone ($\text{C} < 0,25\%$) et des éléments d'alliage tels que : Cr, Mn, Mo et Ni... L'augmentation de la teneur en carbone à cause

de l'opération de cémentation assure le durcissement. Les éléments d'alliage sont présents dans les aciers de cémentation pour améliorer leur aptitude à subir la transformation martensitique (trepabilité). Plus l'acier est trempant et moins il est nécessaire de refroidir énergiquement une pièce pour obtenir la transformation martensitique.

II-6-1 Carbone

Élément fondamental, il apporte la capacité de durcissement en participant à la précipitation de carbure de fer Fe_3C ou M_3C (M étant un élément d'alliage Cr, Mn..., en substitution partielle du fer) ou de carbure d'éléments d'alliage carburigènes (tels V, Mo, W...). Dans les aciers trempés et revenus, le carbone a un effet sur la dureté de la martensite obtenue et sur l'abaissement de la température M_s (températures de début de transformation martensitique). Il est aussi susceptible de modifier la trepabilité par effet de l'association avec les éléments d'alliage. Cette influence est d'autant plus forte que l'acier est plus riche en éléments d'alliage, elle peut devenir nulle quand ces derniers sont absents [25].

II-6-2 Éléments d'alliage en solution solide

Les éléments susceptibles d'entrer en solution solide de substitution dans le fer constituent ce que l'on appelle communément les éléments d'alliage (Mn, Si, Ni, Cr, Mo, V, W...). Ils augmentent tous la trepabilité de l'acier à l'exception d'un seul d'entre eux : le cobalt, dont l'addition entraîne une diminution de celle-ci.

La trepabilité croît bien entendu avec la quantité d'éléments mise en solution dans l'austénite, mais aussi avec l'identité de chaque élément; ainsi, à des teneurs semblables, le manganèse, le chrome, le molybdène apportent une forte augmentation de la trepabilité alors que le nickel, le cuivre et le silicium n'ont qu'une influence plus limitée.

La présence d'éléments d'alliage dans l'acier modifie aussi l'activité du carbone dans l'austénite. Les éléments tels que le chrome ou le manganèse sont surcarburants tandis que le silicium et le nickel sont souscarburants. Un point important est aussi que la solubilité de carbone dans l'austénite est améliorée par la présence d'éléments d'alliages tels que le manganèse, le chrome, le vanadium et surtout le molybdène. Les éléments d'alliages tels que le chrome, le manganèse et le molybdène activent le traitement de cémentation, le nickel s'oppose au grossissement du grain de l'austénite.

On doit noter aussi que les éléments d'alliage engendrent des modifications des limites du domaine de stabilité de l'austénite et on doit distinguer les éléments gammagènes, tels Ni et Mn, élargissent le domaine de stabilité de l'austénite et abaissent les températures de transformation Ac_1 et Ac_3 ; tandis que les éléments alphas parmi lesquels on trouve Si, Cr, Mo, V, W, Ti rétrécissent le domaine de stabilité de l'austénite et élèvent les températures de transformation Ac_1 et Ac_3 . A titre indicatif, la température du point critique (Ac_1), température de la transformation eutectoïde, se situe généralement dans la gamme allant de 700 à 800°C, tandis que la température du point critique (Ac_3), température de la transformation alpha/gamma, se situe généralement dans la gamme allant de 900 à 980°C.

II-7 Critère d'obtention de la structure

De nombreuses variables influencent la qualité et les propriétés microstructurales et mécaniques de l'acier cémenté trempé-revenu et elles sont toutes importantes à maîtriser:

II-7-1 Épaisseur de cémentation

La profondeur de cémentation est définie, par convention, par la profondeur à laquelle on obtient un degré de dureté de 550Hv. Cette profondeur dépend principalement des conditions de traitement de cémentation, de la teneur en carbone et de degré de transformation en martensite. Ainsi, la profondeur peut varier légèrement (environ quelques dixièmes) avec la trempabilité de l'acier; plus celle-ci est élevée, plus l'épaisseur de cémentation sera grande. Cette action sera surtout sensible pour de fortes variations relatives c'est-à-dire dans le cas de faibles épaisseurs de cémentation ou pour des aciers à faible trempabilité de types XC par exemple [26].

II-7-2 Oxydation interne

Ce phénomène est dû à la réaction de l'atmosphère avec certains éléments d'alliage tels que chrome ou manganèse. Ces éléments formant ainsi des oxydes ne peuvent plus jouer leur rôle sur la trempabilité superficielle. Il suit une formation de microstructures perlitique ou bainitique. Par contre le nickel ou le molybdène sont peu sensibles à ce phénomène. Cette oxydation, localisée sur quelques dizaines de microns dans la couche superficielle de la pièce cémentée [26].

L'atmosphère des fours est plus ou moins oxydante suivant la température. Le chauffage impliquera donc une décarburation superficielle (plus ou moins profonde suivant le temps et la

température d'austénitisation) et amènera une diminution de la dureté superficielle après trempe. Cette décarburation augmente avec la température et la durée du chauffage. L'oxydation superficielle peut être évitée en modifiant la composition chimique de l'acier par réduction de la teneur en éléments oxydables.

II-7-3 Carbures

La formation de carbures peut être influencée par la teneur en carbone, une quantité notable de carbures peut être présente pour les teneurs en carbone élevées, et par la nature de l'acier, car certains éléments tels que le chrome, le manganèse ou le molybdène favorisent la surcarburation et donc la formation de carbures. Toutefois, ce sont les conditions de traitements qui ont une action prépondérante. On n'agira par conséquent sur l'acier au niveau du choix que lorsque les moyens de traitements mis en œuvre ne permettent pas un contrôle satisfaisant; on prendra par exemple un acier au nickel-chrome au lieu d'un acier au manganèse-chrome pour diminuer le risque de carbures [26].

II-7-4 Enrichissement en carbone

Le gradient de concentration, obtenu par la cémentation, entre cœur et couche est d'autant plus remarqué que le métal de base est pauvre en carbone. Généralement, les aciers de cémentation ont une teneur en carbone inférieure à 0.25%.

Les positions des températures de début et fin de transformation martensitique (M_s et M_f) varient en sens inverse de la teneur en carbone. Ainsi, la réalisation de l'état martensitique nécessite un refroidissement d'autant plus rapide que l'acier est moins riche en carbone. D'autre part, l'élévation de la teneur en carbone de la martensite (celle de l'austénite initiale) amène un accroissement de dureté. Donc, la dureté de la martensite croît avec la concentration en carbone en solution d'insertion.

L'élévation de la concentration de carbone se traduit donc par la diminution des températures de début et fin de transformation martensitique (M_s et M_f). En conséquence, la transformation de l'austénite en martensite est de moins en moins complète, la proportion de martensite diminue au bénéfice de l'austénite plus douce. La quantité d'austénite résiduelle augmente donc avec la teneur en carbone, à partir d'un titre minimal de l'ordre de 0,7 %C pour lequel $M_f = 20^\circ\text{C}$.

L'élévation de teneur de carbone résulte une structure martensitique de grande dureté mais comporte des restes d'austénite non transformée, ce qui explique la dureté moindre des aciers alliés très carburés. Donc, la dureté du produit trempé dépend de deux facteurs opposés: dureté plus grande de la martensite, mais proportion de martensite plus faible. Le but recherché en cémentation est l'obtention d'une couche martensitique, obtenue après durcissement par trempe suivie de revenu, contenant au plus 25% d'austénite retenue [26].

II-8 Structure et microstructure des couches cémentées

Le but théorique de la cémentation est d'obtenir des couches superficielles de dureté élevée reposant sur un coeur résistant. Le traitement de cémentation provoque des changements métallurgiques importants dans le matériau traité et quel que soit le procédé de cémentation utilisé, les couches cémentées d'aciers peuvent toujours être décrites suivant le schéma suivant :

- une couche superficielle de combinaison composée majoritairement de martensitique et d'autres carbures de fer de dureté élevée accrue par l'apport d'éléments durcissants (le carbone en solution solide d'insertion).
- une couche de diffusion contenant la structure bainitique dont l'épaisseur peut varier avec les conditions de traitement et de la nature de l'acier traité. Dans cette zone, le carbone peut être aussi combiné avec les éléments d'alliages pour former des carbures intragranulaires qui peuvent conduire à des durcissements importants selon les éléments d'alliages.
- et le coeur du matériau qui n'est pas modifié que par le traitement thermique subi durant la cémentation où peuvent être présente bainite, ferrite et perlite. Le coeur est de dureté plus faible.

Outre cette macrostructure générale, en pratique, il est possible d'obtenir dans les couches cémentées d'autres constituants, et qui sont, en particulier, de l'austénite résiduelle, de la perlite et de la bainite, de la cémentite et des carbures.

II-8-1 Austénite résiduelle

L'austénite résiduelle est un constituant de dureté faible inférieur à 150 HV, il est très défavorable à la dureté mais a une bonne résistance à la fatigue en flexion [10], sa présence en plus ou moins grande quantité dépend de la teneur en carbone de la couche cémentée, et du cycle thermique réalisé. L'existence de l'austénite résiduelle provient aussi du fait que la couche

cémentée est trop chargée en éléments (Cr, Ni, Mn, N) qui abaissent la température de transformation martensitique (Si cette température est abaissée, la rétention d'austénite est favorisée), ou d'une stabilisation de l'austénite au cours de cycle de trempe. Mais, il faut tenir compte, enfin, de la décomposition de l'austénite résiduelle éventuelle, soit au cours du revenu, soit pendant le refroidissement consécutif à ce traitement.

II-8-2 Perlite et bainite

La perlite et la bainite peuvent paraître à la surface des couches de cémentation à cause du phénomène d'oxydation interne et de la diminution de vitesse de refroidissement.

II-8-3 Cémentite et carbures

La cémentite et les carbures respectivement peuvent se présenter sous deux aspects bien distincts en nodules ou en réseau. Leur présence est favorisée par un excès de carbone dans la couche cémentée qui forme avec les éléments d'alliage tels que (le chrome, le manganèse ou le molybdène) des carbures. En effet, l'élévation de la concentration de carbone des pièces d'aciers cémentées donne lieu à la formation des carbures à cause de présences des éléments d'additions comme le chrome, le molybdène, le vanadium, le tungstène,... qui participent en effet à la précipitation du carbone sous forme de carbures différents de la cémentite. Donc la teneur de carbone diffusée dans les pièces d'aciers se transforme non seulement à l'austénite mais à d'autres carbures. Pendant le traitement de cémentation se produit simultanément une mise en solution solide de carbone dans l'austénite et une précipitation fine de carbures qui s'accompagne d'un durcissement important et de la mise en compression de la couche cémentées.

II-9 Conclusion

La cémentation est le plus ancien traitement thermo-chimique maîtrisé par l'homme utilisé pour augmenter la dureté superficielle de pièces en acier doux et demi doux. Pour cela on augmente la teneur superficielle en carbone par mise en contact avec une source riche en carbone gazeux, liquide ou pâteux. Elle se réalise à une température comprise généralement entre 870 et 950°C. La durée de traitement dépend de la profondeur désirée. La diffusion superficielle de carbone conduit à la formation d'une couche dure en surface dont l'épaisseur peut aller jusqu'à 1 voire 2 mm et dont la dureté est de 700 à 900 HV. Cette phase d'enrichissement est généralement suivie d'une trempe à l'huile ou au polymère et d'un revenu basse température. Ces traitements confèrent aux pièces des propriétés métallurgiques et mécaniques nouvelles, il en résulte une

couche superficielle de dureté élevée grâce à la formation de la martensite et d'autres carbures de fer et une bonne ductilité à cœur. Il est possible d'obtenir dans les couches cémentées d'autres constituants, et qui sont, en particulier, de l'austénite résiduelle, de la perlite et de la bainite, de la cémentite et des carbures.

Ce chapitre est une synthèse de ces différents phénomènes ainsi qu'une analyse des propriétés microstructurales obtenus après le traitement de cémentation. Les prochains chapitres consacreront à la réalisation expérimentale du traitement de cémentation solide des aciers faiblement alliés mais aussi à la caractérisation de ces aciers obtenus après faire ce traitement en utilisant différentes méthodes: la diffraction des rayons X, la microscopie optique et la mesure de dureté en profile des couches cémentées.

Chapitre III :

Procédures expérimentales

III-1 Introduction

Dans ce chapitre les matériaux étudiés, le mode de préparation des échantillons, les investigations expérimentales utilisés pour l'élaboration des aciers étudiés, les techniques et les équipements utilisés seront présentés. On décrira les différentes conditions des expérimentations réalisées et la méthodologie concernant l'obtention de caractérisation des couches cémentées : les zones formées lors de ces traitements et leurs structures; la nature des phases de dépôt mais aussi le comportement mécanique notamment la dureté parallèle des couches cémentées.

L'étude de caractérisation sera réalisée à l'aide de méthodes expérimentales appropriées. Les couches formées lors de ces traitements seront identifiées par l'analyse métallographique à l'aide d'un microscope optique. La nature des phases de dépôt sera confirmée par l'analyse structurale en utilisant la diffraction des rayons X. La dureté parallèle des couches selon la température de traitement et le temps de séjours sera déterminée par le système d'indentation Vickers.

III-2 Matériaux étudiés

On utilise deux types d'aciers faiblement alliés de nuances 16NC6 et 22MC4 et qui appartiennent à la classe des aciers de cémentation.

Le premier type 16NC6 est un acier de construction allié au nickel–chrome dont sa composition chimique est indiquée dans le tableau III-1. Cet acier possède d'excellentes propriétés, il a bonne résistance aux chocs, bonne résilience à basse température, aptitude au polissage et une usinabilité excellentes, une grande résistance à l'usure dans la zone cémentée, une bonne ténacité à cœur et une combinaison d'une bonne limite élastique et d'un bon allongement avant rupture.

A l'état traité c'est un acier de traitements thermiques pour pièces de petites sections soumises aux chocs et aux sollicitations brusques. A l'état cémenté, acier de cémentation d'emploi courant pour trempe à l'huile permettant de réaliser des pièces de moyennes sections nécessitant une grande dureté en surface et une résistance élevée aux chocs.

Cet acier est utilisé largement: roues coniques, couronnes de différentiels, pignons, arbres vilebrequins, roues dentées, arbres de réducteurs, broches, pièces automobiles et engrenages fortement sollicités ayant une ténacité élevée.

Tableau (III-1) : Composition massique de l'acier 16NC6.

Elément	C	Ni	Cr	Mn	Si	Cu
Teneur (%)	0.12	1.22	0.88	0.69	0.28	0.18
Elément	Mo	Co	W	N	V	Fe
Teneur (%)	0.09	0.03	0.03	>0.0240	0.02	96.40

Le deuxième type 22MC4 est un acier de construction allié au manganèse–chrome dont sa composition chimique est indiquée dans le tableau III-2. Cet acier se caractérise par une excellente soudabilité. A l'état naturel ou normalisé, il est utilisé pour la réalisation d'assemblages soudés de bonne résistance grâce à son excellente soudabilité.

A l'état cémenté : il convient pour des pièces nécessitant une dureté superficielle élevée sur une sous-couche de moyenne résistance ne travaillant pas aux chocs. Il est utilisé dans différents domaines: arbre de pompes, axes, arbres à cames, pignons.

Tableau (III-2) : Composition massique de l'acier 22MC4.

Elément	C	Ni	Cr	Mn	Si	Cu
Teneur (%)	0.22	0.05	0.04	0.87	0.05	0.02
Elément	Mo	Co	Ti	N	V	Fe
Teneur (%)	0.02	0.02	0.0371	0.0105	0.01	98.61

III-3 Mode de préparation des échantillons

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

III-3-1 Coupement à froid

On effectue un découpage au jet d'eau (pour éviter tout échauffement du matériau) d'une tôle d'acier à l'aide d'une machine de cisailage des métaux. Le but est d'obtenir, après faire la cisaille, des éprouvettes cylindriques avec dimensions déterminées pour les deux types d'aciers.

III-3-2 Polissage

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

Le polissage est l'action de polir, de rendre uni et luisant par le frottement. Il est une composante de la finition des pièces mécaniques par laquelle on s'attache non seulement à respecter les cotes imposées, mais en plus à obtenir un bel aspect, un fini ou un état de surface de haute qualité. Il s'effectue généralement en deux étapes. La première consiste en un polissage grossier de la surface. Les échantillons sont polis à l'eau (pour éviter tout échauffement du matériau) avec du papier abrasif en passant vers des grains de plus en plus fins (80, 100, 220, 320, 500, 1000, 1200). Entre chaque papier, il faut, croiser la direction de polissage : pour un papier donné, on polit toujours dans le même sens, et on croise les sens d'un papier à l'autre, ce qui permet de faire ressortir les rayures résiduelles de l'étape précédente.

La seconde, appelé polissage fin, est effectuée à l'aide d'un drap contenant un oxyde de l'aluminium, pour :

- éliminer les rayures (des lignes (stries) observées sur la surface de l'échantillon) produites par des arrêtes tranchantes ou (et) des particules abrasives.
- conserver une planéité optimale sur tous types d'échantillon.

Pour ces deux stades, le rinçage de l'échantillon, voir ce passage dans un bain à l'eau, est requis à chaque changement de papiers abrasifs et de drap afin d'éviter que des particules de grand diamètre ne polluent le stade de polissage à plus faible granulométrie.

III-4 Élaboration des aciers étudiés

III-4-1 Techniques expérimentales

III-4-1-1 Four de cémentation

Les mises en température sont effectuées dans des fours à atmosphère contrôlée, qui sont destinés à réaliser des traitements thermiques ou thermochimiques. Les traitements purement

thermiques sont réalisés sous air ou sous atmosphère protectrice, alors que les traitements thermochimiques nécessitent l'utilisation de gaz chimiquement actifs, c'est le carbone dans le cas de cémentation.

Les fours de cémentation sont chauffés par des résistances électriques en contact avec l'atmosphère du four ou isolées de celle-ci. Ils sont de type « batch » ou discontinu (utilisé pour des pièces unitaires et des petites séries) et de caractéristiques techniques suivantes:

Largeur = 700 mm, longueur = 1400 mm, hauteur = 600 mm, température max = 950°C, poids charge max = 900 kg.

III-4-1-2 Bain de trempe

La plupart des traitements thermiques ou thermochimiques nécessitent en fin de traitement l'utilisation de bains de trempe. On a utilisé un bain d'huile froide, où la température moyenne de l'huile ne dépasse pas 80°C et où la température maximum reste inférieure à 100°C. Les bacs (contenant les bains de trempe) utilisés sont indépendants et ouverts.

III-4-1-3 Four de revenu

Dans le procédé de revenu, on place la pièce froide dans un four froid au départ et on les chauffe ensemble; dans lequel la chaleur émise par les résistances électriques est absorbée lentement et progressivement par l'acier, même si la température de revenu est très élevée. Les caractéristiques techniques de four de revenu utilisé sont:

Largeur = 1400 mm, longueur = 700 mm, hauteur : 600 mm et la température max = 300°C.

III-4-2 Procédé de cémentation utilisé

La cémentation solide (en caisse) est une technique pratiquement abandonnée, qui conserve cependant un intérêt pour le traitement des pièces de grandes dimensions et qui n'exige pas d'installation spéciale. Elle consiste à un traitement de diffusion permettant d'enrichir en carbone la couche superficielle de l'acier afin d'obtenir, après la trempe, une haute dureté de surface, combinée avec de bonnes caractéristiques de ténacité à cœur.

Les traitements de cémentation ont été réalisés dans un four à atmosphère contrôlée en respectant la procédure suivante : après décapage préalable, les pièces sont soumises à un traitement thermique en deux étapes :

- une étape de cémentation solide (traitement d'enrichissement en carbone).
- une autre étape de trempe et de revenu.

Le procédé de cémentation solide consiste à diffuser une certaine épaisseur de carbone à la surface de la pièce. Ces pièces sont déposées dans des fours à atmosphère où, sont placées en caisses métalliques au contact de substances carbonées solides (charbon de bois), en même temps que d'un activant qui est le carbonate de baryum, lequel facilite la circulation des gaz à travers les caisses. Celles-ci sont scellées, puis chauffées et maintenues à une température supérieure (870-950°C), pour être en phase austénitique, pendant un certains temps de maintien. Dans ces conditions, l'atmosphère réductrice est générée et agit pour former la couche enrichie de cémentation sur les pièces.

On plonge ensuite les pièces cémentées dans un bain d'huile. Généralement l'huile est utilisée pour les aciers faiblement et fortement alliés, car elle permet un refroidissement relativement lent tout en donnant une dureté élevée. Ce milieu de trempe moins brutal que l'eau évite la formation de fissures à l'intérieur des pièces. D'un point de vue pratique, il faut veiller à ce que le temps de transfert entre le four et le bac de trempe soit suffisamment court pour que la pièce n'atteigne pas une température trop faible avant d'être refroidie par le fluide de trempe. La vitesse de refroidissement à l'air étant faible et dans la majorité des cas supérieure à la vitesse critique.

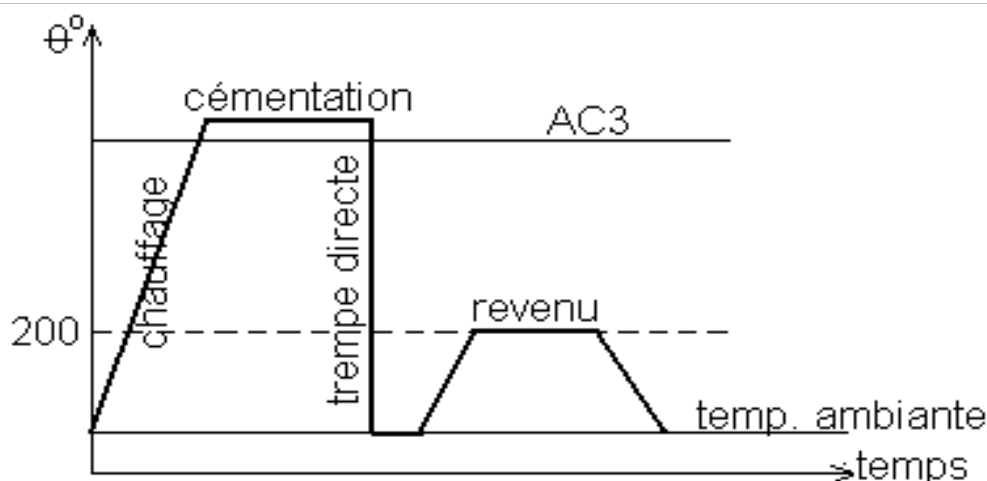


Figure (III-1) : Le procédé de cémentation utilisé.

Le traitement thermique se termine par une étape de revenu. En effet, les aciers utilisés directement après la trempe peuvent faire apparaître des déformations et comporter des tapures. Pour éliminer ces tensions, on procède à l'opération de revenu, qui permet de contrôler

exactement les propriétés mécaniques de l'acier. Afin d'obtenir les valeurs maximales de dureté de la couche cémentée, et de résilience et de ténacité de la sous-couche, les pièces cémentées trempées subissent un revenu aux basses températures. Il faut faire attention au réchauffage des pièces qui doit être conduit lentement au début du revenu, une trop brusque élévation de température pouvant produire des contraintes internes et il est conseillé d'éviter un refroidissement trop violent qui pourrait provoquer des tensions internes aussi. Le procédé de cémentation utilisé est illustré par la figure (III-1).

En effet, l'application d'une cémentation haute température (de l'ordre de 950 à 1050°C) pose plusieurs problèmes. En premier lieu, la température élevée peut conduire à une croissance des grains mal maîtrisée, néfaste pour les propriétés mécaniques de la pièce. D'autre part, la cémentation est suivie d'une trempe au cours de laquelle la pièce subit des déformations. Celles-ci peuvent nécessiter une reprise d'usinage de la pièce, voire dans les cas les plus graves, entraîner sa mise au rebut. Ces problèmes sont accentués lorsque la trempe a lieu sur une pièce venant de subir une cémentation à haute température et non à une température plus habituelle.

III-4-3 Traitements de cémentation réalisés

Deux séries de cémentation solide ont donc été réalisées sur les deux types d'aciers (16NC6) et (22MC4) : la première permet de vérifier le rôle de la température de traitement, la seconde permet de vérifier le rôle du temps de séjour de traitement sur les propriétés physiques et mécaniques de la pièce cémentée des deux types d'aciers utilisés. Pour la première série d'expériences, seul la température de four a varié, la durée des traitements étant constante. Pour la seconde série, la température de four était fixé, nous avons fait varié la durée de séjour des pièces dans le four. Les conditions de traitements de ces deux séries sont données dans le tableau (III-3). Après la cémentation, les pièces sont trempées et sont détentionnées grâce au revenu.

Tableau (III-3) : Conditions de traitements de cémentation.

	Température (°C)	Durée (heures)
Série01	870	2
	900	2
Série02	930	2
	930	4
	930	6

Afin d'obtenir le durcissement, on effectue, sur toutes les pièces cémentées, une trempe à l'huile. On laisse les pièces refroidir un moment dans la caisse pour éviter l'oxydation, puis on les trempe dans un bain d'huile (neutrosel) pendant 10 minutes. Ensuite, on laisse les pièces refroidir à l'air.

Par la suite, on effectue immédiatement un revenu de détente (basse température), sur toutes les pièces cémentées trempées, juste après la trempe. On fait un réchauffage aux pièces froides dans un four maintenu à une température inférieure, vers 170°C, pendant 2 heures. Le refroidissement se fait à l'air (refroidissement lent).

III-5 Analyse métallographique (microstructurale)

La métallographie est la technique consistant à déterminer la structure d'un métal en l'observant avec un microscope optique. Nous avons choisi et utilisé cette méthode pour déterminer la forme des cristallites et la répartition des phases formées dans la couche cémentée.

III-5-1 Préparation des échantillons

La préparation des éprouvettes destinées à l'étude microscopique est divisée en plusieurs étapes :

- le coupement à froid,
- l'enrobage,
- le polissage,
- l'attaque révélatrice de la microstructure.

Tout d'abord les échantillons pour l'étude microstructurale ont été découpés à froid de façon transversale pour observer la structure à l'intérieur des pièces. Par la suite, on effectue un enrobage au moyen de résine, afin de permettre une manipulation plus aisée de l'échantillon et d'assurer la planéité de la surface lors du polissage. Ensuite, on effectue un polissage mécanique avec du papier abrasif en passant vers des grains de plus en plus fins (80, 100, 220, 320, 500, 1000, 1200), puis on utilise l'alumine pour éliminer les rayures. En effet, pour pouvoir observer les détails microscopiques de la structure, il faut éliminer les rayures.

III-5-2 Procédure d'attaque pour métallographie optique

L'attaque des échantillons met en évidence la morphologie des grains, les défauts ou irrégularités de la surface, les sous-structures, les précipités, les inclusions, etc. La méthode

d'attaque utilisée est l'attaque chimique qui provoque une dissolution différentielle des cristaux suivant leur orientation, des phases suivant leur nature ou une attaque spécifique aux joints de grains. Pour révéler la structure des couches intérieures des pièces d'aciers cémentés, dans ce travail, on a utilisé le nital, de composition chimique (HNO_3 (4%) + alcool éthylique), comme réactif. La durée de l'attaque est de 2 à 3 seconde.

III-5-3 Microscopie optique

Le microscope optique est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions (grossissement) et de séparer les détails de cette image afin qu'il soit observable à l'œil nu. Il est utilisé en métallurgie et en métallographie pour examiner la structure d'un métal ou d'un alliage. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée. Mais compte tenu de sa faible résolution, il n'est pas possible de l'utiliser pour une observation fine d'objets rugueux de petite taille.

La microscopie optique a été réalisée sur un microscope de type (Neophoto 21) figure (III-2) qui permet l'observation des échantillons, avec un grandissement qui varie de 5 à 1000. Les micrographies ont été acquises numériquement à l'aide d'une caméra CDD.



Figure (III-2) : Photographie de microscope optique utilisé.

III-6 Analyse des phases par diffraction des rayons X

Les diagrammes de diffraction des rayons X (diffractogrammes) ont permis de caractériser les différentes structures en présence et d'extraire le paramètre de maille des phases observées, ceci pour les différents traitements. Nous avons choisi et utilisé cette méthode pour l'identification de nature des phases présentées dans les zones de traitement.

III-6-1 Principe de la méthode

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre $0,1\text{\AA}$ et 10\AA . Ceux utilisés en radiocristallographie ont des longueurs d'ondes voisines de 1\AA , ordre de grandeur des distances interatomiques dans les cristaux métalliques. Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatiques (de longueur d'onde λ) interagit avec un matériau métallique, une partie du faisceau est diffusée par les atomes du cristal, c'est-à-dire réémise sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde. Pour que l'intensité du rayonnement X réémis soit observable, il faut que les rayonnements diffusés par les différents atomes du cristal soient en phase et forment ainsi un faisceau diffracté. Cette condition de diffraction est connue sous le nom de loi de Bragg qui s'exprime sous la forme:

$$2d \sin \theta = n \cdot \lambda$$

Où d est la distance entre deux plans cristallographiques, θ est l'angle d'incidence des rayons X avec le plan atomique, n est l'ordre de réflexion (nombre entier) et λ est la longueur d'onde des rayons X.

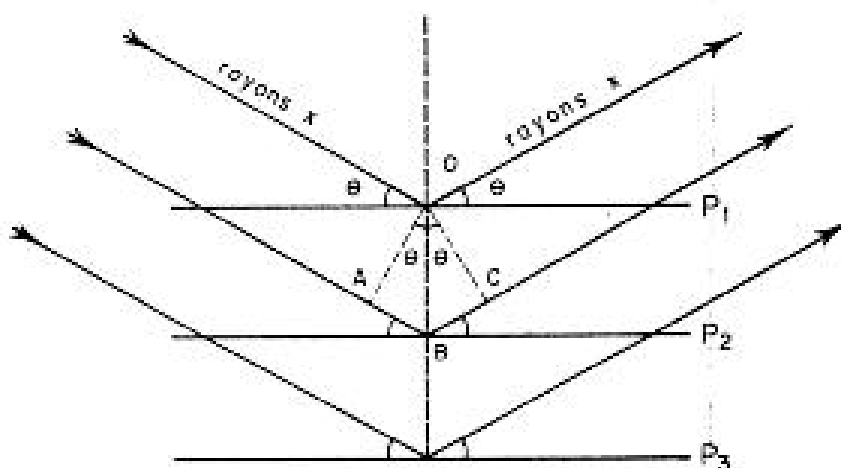


Figure (III-3) : Condition de Bragg, principe de la diffraction de rayons X.

La figure (III-3) est un schéma de diffraction de rayons X par une famille de plans réticulaires. P1, P2, P3, sont les plans de cette famille; θ est l'angle de Bragg. La différence de marche entre deux plans consécutifs est ici égale à $AB+BC$. Or $AB+BC = 2 OB \sin \theta$. Comme OB est la distance interréticulaire d et que $AB+BC$ doit être égale à un nombre entier de longueur d'onde λ , en posant $n =$ nombre entier, on retrouve la formule de Bragg : $n \lambda = 2d \sin \theta$.

Pour un matériau donné et un faisceau de rayons X monochromatique de longueur d'onde donnée, il n'y aura diffraction des rayons X que pour des angles d'incidences bien déterminés. Ces angles sont en relation avec les distances entre les plans réticulaires produisant les réflexions. La famille de plans atomiques séparés par la distance d diffracte le faisceau dans la direction θ si cet angle satisfait la loi de Bragg. L'intensité du faisceau diffracté correspond à la densité d'atomes sur le plan réfracteur.

III-6-2 Conditions expérimentales et appareillage utilisé

La caractérisation par DRX a été réalisée sur un diffractomètre (PANalytical X'Pert PRO) (figure III-4). La longueur d'onde de l'anticathode de cuivre est la raie K-alpha du cuivre ($\lambda = 0,154 \text{ nm}$). La configuration symétrique à 2θ classique permet de sonder les plans parallèles à la surface, dans une gamme d'angle de 25 à 100° , elle permet de sonder des profondeurs de quelques microns.



Figure (III-4) : Photographie de diffractomètre utilisé.

L'appareil utilisé est composé d'un tube à rayons X et de son alimentation électrique, de détecteurs et de divers accessoires, tous enfermés dans une enveloppe de métal et de verre au plomb protégeant l'expérimentateur contre les rayonnements ionisants. Les commandes et les instruments de mesure sont tous à l'extérieur de l'appareil. L'anode du tube est en cuivre.

Les rayons X produits par l'anticathode filtrée par un premier groupe de fentes de Soller et une fenêtre. Ils frappent l'échantillon qui lui aura un angle θ par rapport aux rayons X. Lorsqu'il y a diffraction du rayon X, celui-ci aura un angle θ par rapport au porte-échantillon donnant une rotation totale d'un angle de 2θ avec son incidence initiale. Les rayons X diffractés seront mesurés par un détecteur pour en déterminer leur intensité. Cette intensité est exprimée sur un diffractogramme (un spectrogramme) de l'intensité en fonction de l'angle 2θ .

III-7 Caractérisation par la dureté

Les essais mécaniques permettent d'obtenir une appréciation des propriétés mécaniques des matériaux, afin de pouvoir estimer et prévoir leur comportement, sous différentes conditions de services. Les essais mécaniques les plus importants et les plus utilisés dans le monde entier sont : l'essai de dureté, l'essai de traction et l'essai de résilience. L'exécution de ces essais et l'interprétation des résultats sont relativement simples et ont fait l'objet d'une normalisation très cohérente dans le monde entier.

Les essais de dureté donnent des renseignements précis quant à la dureté des métaux en surface et à leur structure. Ils sont indispensables pour le contrôle des traitements thermiques. Le système d'indentation peut être utilisé dans l'étude des couches cémentées pour contrôler le comportement mécanique notamment la dureté parallèle de ces couches.

III-7-1 Principe de la méthode

La dureté est définie comme étant la résistance qu'un matériau oppose à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Elle dépend non seulement des caractéristiques de ce matériau, mais aussi de la nature et de la forme du pénétrateur et du mode de pénétration.

La dureté H d'un matériau est définie comme sa résistance à la déformation plastique créée par un indenteur et elle s'exprime par la formule suivante:

$$H = P_{\max} / A.$$

Où :

- P_{\max} : force maximale appliquée par l'indenteur.
- A : surface calculée à partir de la mesure de la déformation résiduelle après pénétration.

Usuellement et selon la forme de l'indenteur, on répertorie trois différents types d'essais : essai Rockwell "R", Brinell "B" et Vickers "HV". Chaque géométrie des indenteurs induit une différente déformation plastique du matériau. Il est donc important de noter que la dureté n'est pas une propriété intrinsèque du matériau mais sa résistance à un test mécanique normalisé. La mesure de la microdureté, à la différence de la mesure de dureté, intéresse un domaine très réduite la matière (quelques microns) et sous de faibles charges. Elle permet donc d'obtenir des informations intéressantes en ce qui concerne en particulier les couches superficielles (couches cémentées, nitrurées...). Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'étude de la dureté Vickers des sections perpendiculaires aux surfaces des pièces cémentées.

III-7-2 La dureté Vickers

La mesure de dureté Vickers (H_V) se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre face égal à 136° (figure III-2-a). L'empreinte a donc la forme d'un carré, on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées.

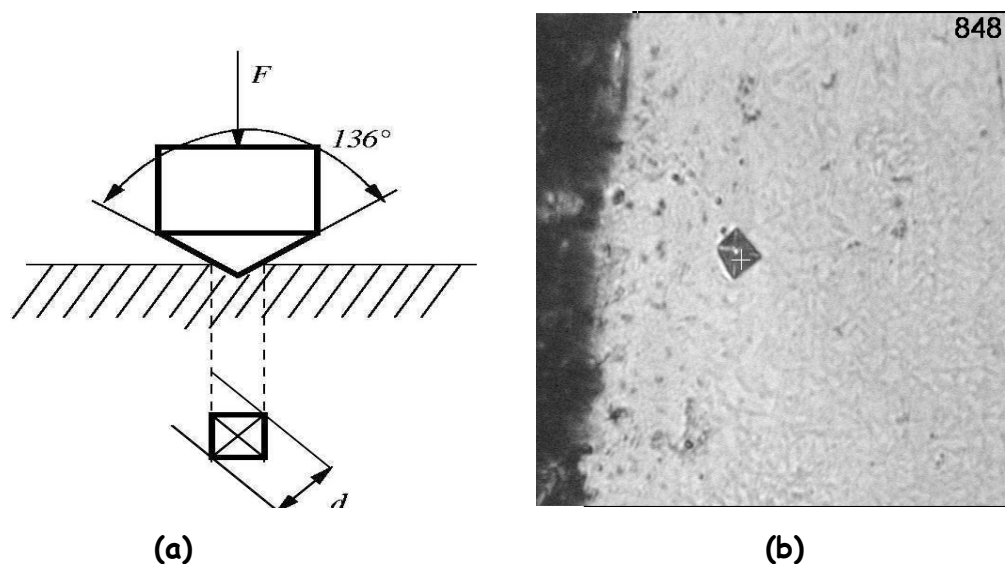


Fig. (III.5) : (a) Essai de dureté Vickers - (b) Micrographie représente l'empreinte de dureté en coupe transverse de l'acier 16NiCr6 cémenté à 930°C pendant 4 heures puis trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.

III-7-3 Essai de la mesure de la dureté Vickers et appareillage utilisé

Pour réaliser les profils de dureté, tout d'abord les échantillons sont coupés à froid de façon transversale. Par la suite, on effectue un enrobage au moyen de résine, afin de permettre une manipulation plus aisée de l'échantillon et d'assurer la planéité de la surface lors du polissage. Ensuite, on effectue un polissage mécanique avec du papier abrasif en passant vers des grains de plus en plus fins (80, 100, 220, 320, 500, 1000, 1200), puis on utilise l'alumine pour éliminer les rayures avant d'effectuer les indentations. Le polissage est également indispensable pour observer les traces dans les essais de microdureté.

La dureté Vickers a été mesurée sur un appareil de type (Zwich/Roell indentec) (figure (III-6)) qui est équipé d'un pénétrateur diamant Vickers, pour lequel la mise en charge de 10 secondes est automatisée et la charge appliquée est de 50 grammes. Sur la coupe transversale, les points de mesure ont été choisis de manière à représenter aux mieux l'évolution de la dureté, les mesures sont effectuées en partant de la surface le long d'une ligne perpendiculaire à la couche cémentée (figure (IV-3)). Entre deux empreintes, il convient de laisser suffisamment de distance, pour éviter que la déformation du métal lors de l'essai précédent ait une influence sur le résultat de l'essai courant. Les pointés sont effectués avec un pas de 10 μm sur les 100 premiers micromètres, puis un pas de 20 μm sur les cent micromètres suivants et 50 microns pour les deux cents suivants



Figure (III-6) : Photographie de microduromètre utilisé.

III-8 Conclusion

Nous avons présenté, dans ce troisième chapitre, les diverses techniques utilisées pour réaliser le traitement de cémentation et décrire les moyens de caractérisation pour faire l'étude des propriétés des dépôts correspondants. A partir des travaux présentés dans la littérature, nous avons défini des paramètres de traitements (température, temps, vitesse de refroidissement, ...) permettant d'obtenir une large relativement gamme de caractéristiques des couches (dureté, structure, ...). Ce chapitre décrit aussi le dispositif expérimental de traitement de cémentation en caisse qui est utilisé pour la réalisation de dépôts des aciers enrichis en carbone. Les propriétés des couches obtenues sont caractérisées par différentes techniques (analyse au microscope optique, diffraction des rayons X, dureté Vickers) qui nécessite une préparation des échantillons (polissage, nettoyage) dont la procédure a été soigneusement définie.

Les résultats obtenus à l'aide de ces différentes techniques seront présentés et discutés dans le chapitre suivant.

Chapitre IV :

Résultats et discussions

IV-1 Introduction

Dans ce chapitre, seront présentés les résultats obtenus et leurs interprétations. Dans un premier temps, nous discuterons les résultats apportés par l'analyse métallographique. Nous examinerons ensuite les résultats obtenus par la méthode de diffraction des rayons X. Enfin, les essais de la mesure des profils de dureté Vickers de différents échantillons traités seront exposés.

IV-2 Informations apportées par le microscope optique

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

IV-2-1 Pour l'acier 16NC6

En coupe transverse, sur un témoin de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C pendant 2heures, la micrographie de la figure (IV-1), montre la formation d'une zone superficielle avec des concentrations en carbone très élevés à cause de processus d'enrichissement et de diffusion qui transfère le carbone du ciment à la surface de la pièce. Puis une zone contient du carbone à cause de processus de diffusion de carbone de la surface vers les couche intérieures, qui se trouve avec des concentrations diminue à mesure que la distance entre l'extrémité et le noyau décroît, c'est la zone de diffusion. Enfin une zone qui représente le substrat où il n'y a pas de diffusion.

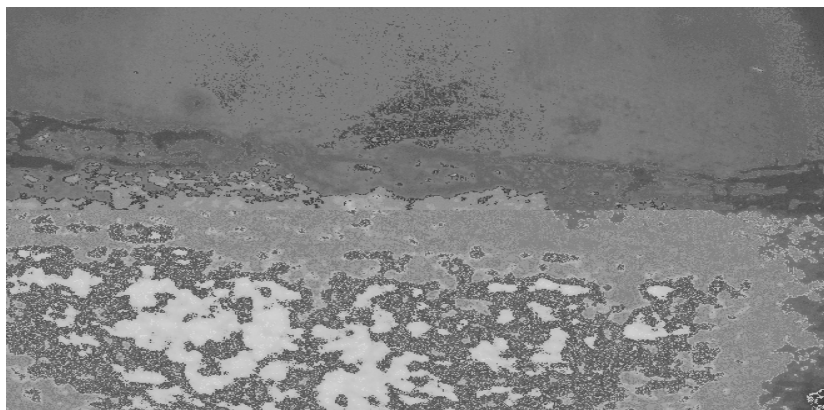


Figure (IV-1) : micrographie de l'acier 16NiCr6 cémenté (930°C-4heures), trempé à l'huile et revenu (170°C-2heures).

Les micrographies optiques obtenues (figure (IV-2)), de l'acier 16NC6 cémenté montrent que, l'épaisseur des couches composées sur l'échantillon cémenté, mesuré sur l'écran du microscope optique, s'est trouvé augmenter avec le temps de maintien. L'épaisseur est également plus élevée à des températures élevées. La profondeur mesurée est de valeur de 2,674 mm pour le traitement utilisant 2 heures et 900°C comme conditions de cémentation et, de 3,781 mm de valeur, pour les conditions de traitement 6 heures et 930°C. Il peut également voir que le noyau d'échantillon demeure inchangé par la cémentation.

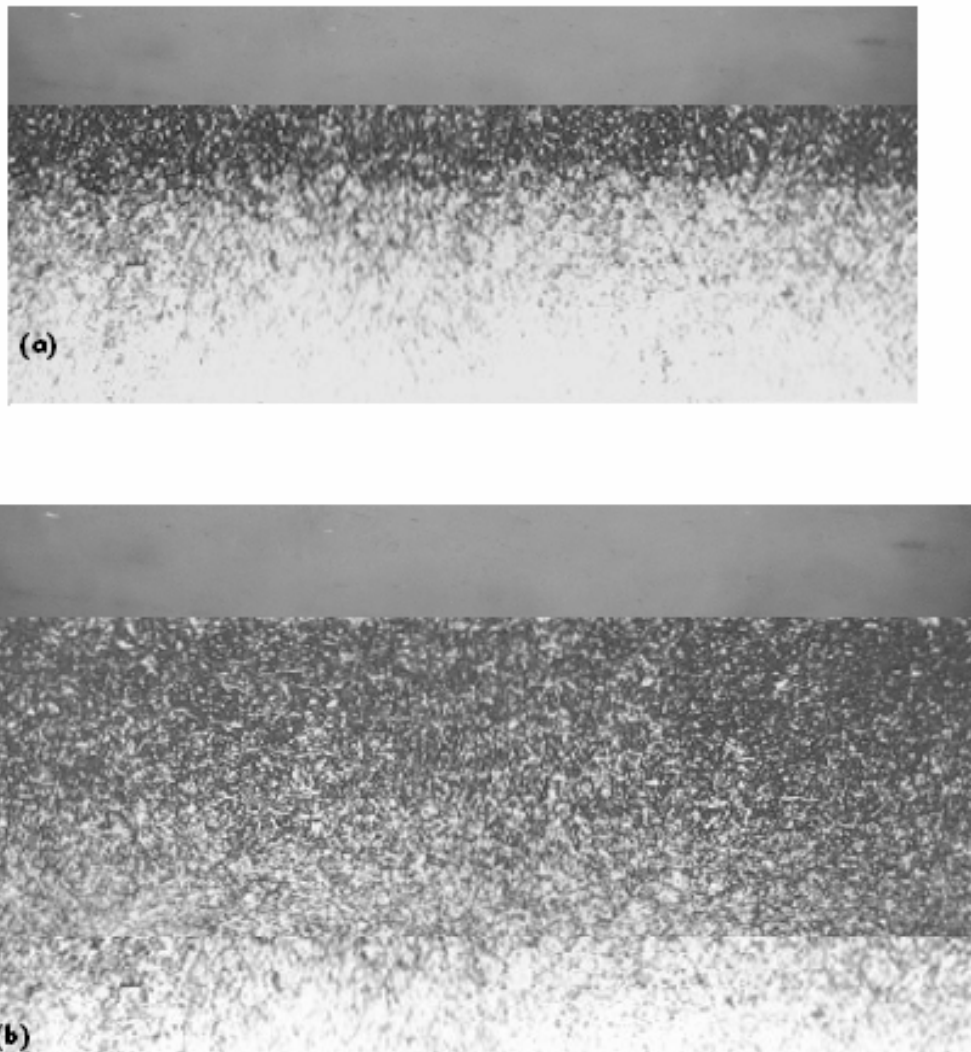
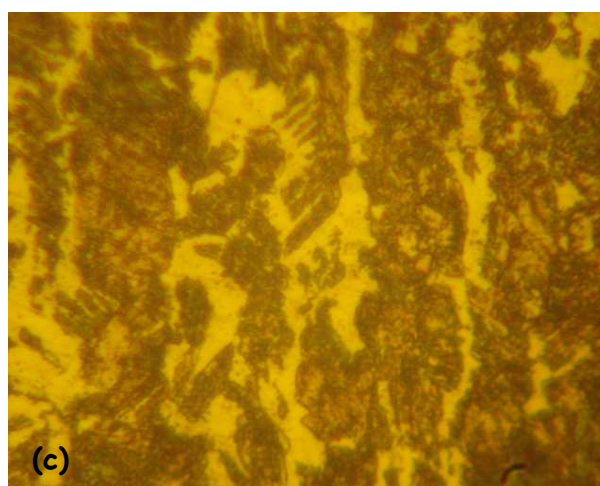
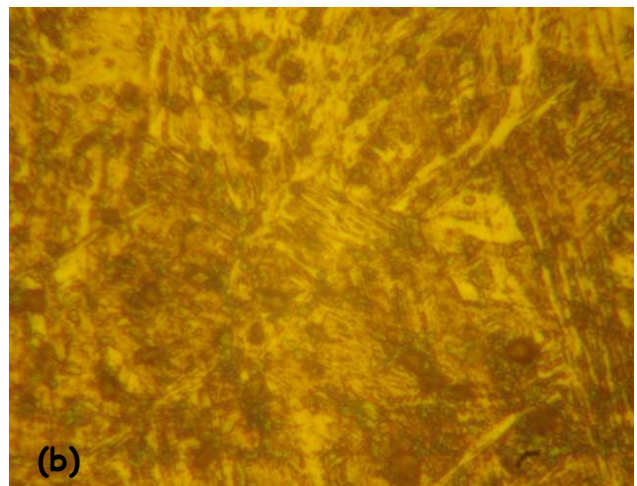
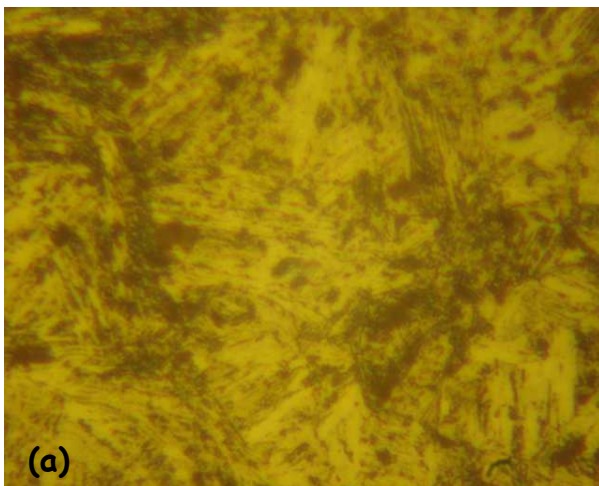


Figure (IV-2) : micrographie de l'acier 16NiCr6 cémenté pour (a) 2 heures à 900°C et pour (b) 6 heures à 930°C, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2 heures.

En observant les images des structures (figure (IV-3-a)), nous notons que la structure de la zone en extrême surface de la couche cémentée de l'acier après faire les traitements de cémentation à 930°C pendant 4 heures, de trempe à l'huile et de revenu à basse température, se présente avec une structure martensitique (des lattes) et des plaquettes de carbures de fer. Les micrographies optiques de l'acier montrent aussi que la zone de diffusion de carbone se présente avec une structure troostitique et des grains de carbures des éléments d'alliages (les zones plus foncées dans l'image) (figure (IV-3-b)). Par l'observation des images des structures (figure (IV-3-c)), nous notons que la structure de l'acier de base présente une matrice perlitique de structure lamellaire et de ferrite qui se présente sous forme de polyèdres blancs dont les joints de grains apparaissent en foncé.



**Figure (IV-3) : micrographie de l'acier 16NiCr6 cémenté à 930°C pendant 4heures
(a) de la zone en extrême surface, (b) de la zone de diffusion et (c) de l'acier de
base.**

IV-2-2 Pour l'acier 22MC4

Les micrographies optiques (figure (IV-4)) des sections perpendiculaires aux surfaces des pièces de l'acier 22MC4, cémentées selon différentes conditions de traitement de température et de temps de maintien, trempées à l'huile et revenu, montrent l'apparition des zones situées à l'extrémités des pièces qui résultent de la diffusion de carbone, et que le noyau de ces pièces reste inchangé. Ces micrographies montrent aussi que les profondeurs des zones formées près de surface sont d'autant plus élevées que le temps de maintien est plus long et que la température de cémentation est plus élevée. La profondeur mesurée est de valeur de 2,185 mm pour le traitement utilisant 2heures et 900°C comme conditions de cémentation, et de 2,296 mm de valeur pour les conditions de traitement 4heures et 930°C. Il peut également voir que le noyau d'échantillon demeure inchangé par la cémentation.

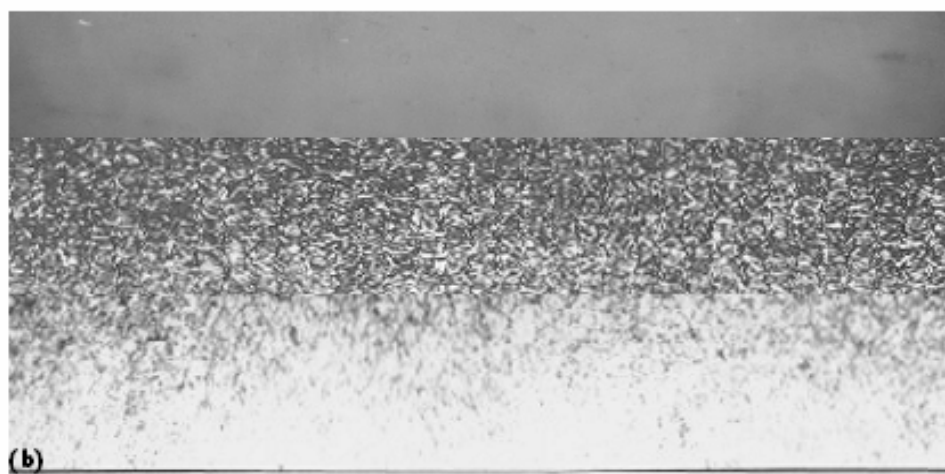
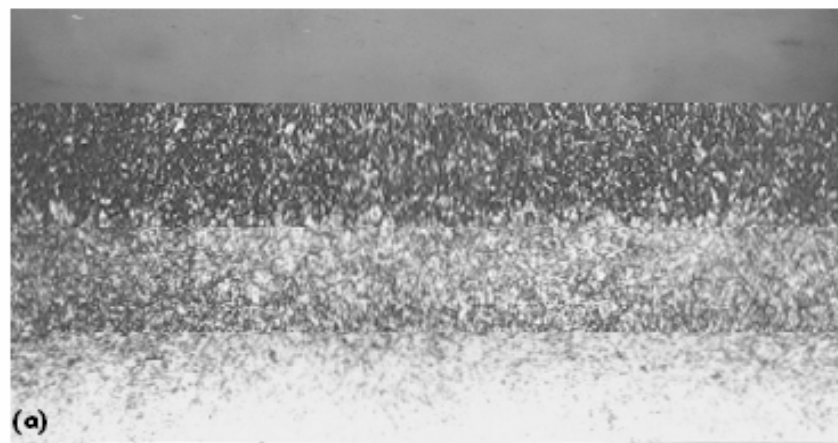


Figure (IV-4) : micrographie de l'acier 22MC4 cémenté pour (a) 2heures à 900°C et (b) 4heures à 930°C, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2heures.

Sur les différentes micrographies acquises nous pouvons observer dans la zone formée près de la surface la sorbite de structure extrêmement fin et des lattes de la martensite (figure (IV-5-a)). Dans la zone de diffusion de carbone (figure (IV-5-b)), nous pouvons observer la structure troostitique sous forme lamellaire. Le métal de base se présente avec une structure ferrito-perlitique (figure (IV-5-c)).

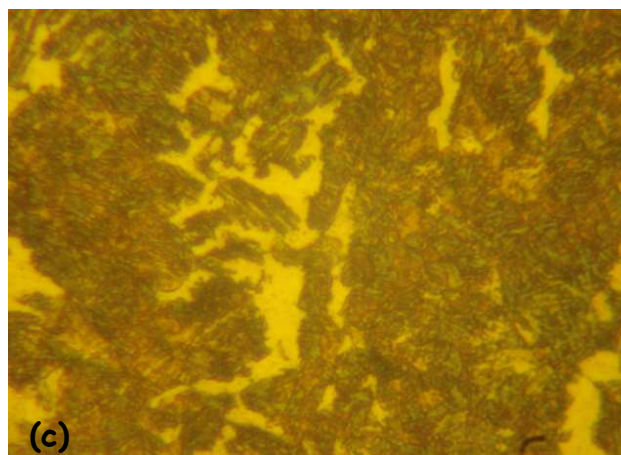
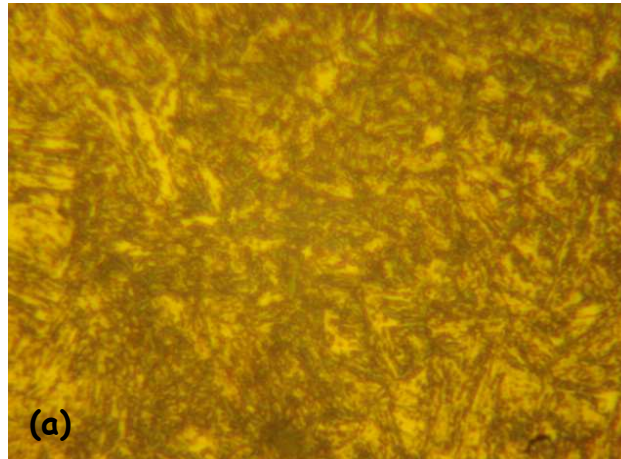


Figure (IV-5) : micrographie de l'acier 22MC4 cémenté à 930°C pendant 6 heures (a) de la zone en extrême surface, (b) de la zone de diffusion et (c) de l'acier de base.

IV-2-3 Discussion de résultats obtenus

L'enrichissement de carbone modifie la composition initiale des couches superficielles des pièces d'aciers traités que se soit pour 16NC6 ou pour 22MC4. La modification a lieu sous une température élevée (870, 900, 930°C) qui assure la formation de la structure austénitique de ces aciers et l'interdiffusion de carbone dans les interstices octaédriques de cette structure et la diffusion de cet élément vers l'intérieure de la pièce sous une épaisseur qui dépend des conditions de traitements et de la composition de l'acier utilisé. En conséquence, la surface du métal devient un acier très carburé austénitique tandis que le noyau reste de composition inchangée de teneur en carbone plus faible et de structure austénitique aussi. La durée de mise en température (2, 4 et 6 heures) est suffisante pour réaliser l'homogénéisation thermique jusqu'au coeur de la pièce traitée et la mise en solution des carbures dans le fer γ .

La trempe effectuée après l'enrichissement de carbone change la structure globale des pièces traitées. En extrême surface de la couche cémentée, l'austénite dans lequel est dissout une grande quantité de carbone est refroidie rapidement à l'huile puis à l'air, donc, il se transforme à la martensite qui présente une structure micrographique en aiguilles (aciculaire) très riche en carbone. Les aiguilles formées 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. Plus en profondeur, la teneur en carbone est diminuée et la vitesse de refroidissement est décroît, de ce fait, l'austénite de la zone de diffusion se transforme en troostite, constitué de ferrite et de cémentite. Le métal du coeur de la pièce, où il n'y a pas une diffusion de carbone, après la trempe, il se présente avec une structure constituée de ferrite qui se présente sous forme de polyèdres blancs dont les joints de grains apparaissent en foncé, et de perlite qui est formée de lamelles alternées de cémentite et de ferrite. La germination se fait aux joints de grain de la phase mère austénitique qui subit un refroidissement lent.

Dans le cas de cémentation, l'effet de revenu qui suit la trempe se porte sur la structure martensitique, par précipitation des carbures sous formes plaquettes. La martensite voit sa teneur en carbone diminuer, or la martensite aciculaire (plaquettes) avec une forte teneur en carbone se rompt de manière intergranulaire alors que la martensite en blocs (lattes) à faible teneur en carbone est de nature plus ductile. La martensite aciculaire se dissocie en un complexe de fins carbures de fer dispersé dans du fer alpha, pour former des globules microscopiques agglomérés. On obtient une structure sorbitique, constituant extrêmement fin, sa structure est constituée par de fins carbures de fer (Fe_3C cémentite) dans une matrice ferritique. La structure sorbitique ainsi formée et la martensite en blocs (lattes) à faible teneur en carbone constituent la couche de

combinaison en extrême surface de la couche cimentée. Dans la couche de diffusion, la structure troostitique est présentée sous forme des lamelles de la ferrite et de la cémentite. Dans cette zone, le carbone est combiné aussi avec les éléments d'alliages pour former des carbures intragranulaires (les zones plus foncées observées dans les micrographies). Le de métal de base ou le cœur de la pièce traitée est de constitution ferrite et perlite. Lors du revenu, ces constituants ne peuvent subir que des variations de dimensions et de forme.

L'élévation de la température de cémentation et de la durée de traitement résulte une augmentation de la quantité de carbone mise en solution et une grande diffusion des atomes de cet élément vers l'intérieure de la pièce sous une épaisseur plus importante, ce qui résulte des épaisseurs de la couche de cémentation, formée à l'extrémité de la pièce cimentée, plus grandes et des longueurs de diffusion plus élevées. En effet, la faible teneur des éléments d'alliages présents dans les pièces d'aciers traitées ne limite pas la diffusion de carbone.

IV-2-4 Conclusion

Cette étude par l'analyse métallographique nous a permis de donner une description des propriétés structurales et microstructurales des pièces cimentées. Les résultats obtenus par cette méthode montrent que, le traitement de cémentation provoque des changements structuraux importants au niveau des pièces d'aciers faiblement alliés traitées, il en résulte une pièce composée de deux aciers très différents : l'âme de la pièce demeure un acier extra-doux, tandis que la couche cimentée est un acier très carburé dont la microstructure globale est dépend de la teneur de carbone, de la vitesse de refroidissement et de la composition de l'acier utilisé.

Après le traitement de cémentation, une zone très carburée apparaît à l'extrémité de la pièce, c'est la zone de combinaison de carbone avec le métal de base, constitue des lattes de la martensite et de la structure sorbitique qui est un constituant extrêmement fin qui se forme au cours du réchauffage d'un acier trempé martensitique (revenu), sa structure est constitué par de fins carbures de fer dans une matrice ferritique. La température de cémentation, le temps de séjour et la composition de l'acier utilisée sont ce qui détermine la profondeur de cette couche. Puis plus en profondeur, le processus de diffusion de carbone de la surface carburée vers l'intérieur de la pièce résulte une zone de diffusion qui constitue d'aiguilles de la bainite car la transformation de l'austénite dure plus longtemps à cause de la diminution de la vitesse de refroidissement à mesure que la distance jusqu'à l'extrémité croit. Cette zone peut comprendre aussi des carbures des éléments d'alliages intragranulaires. Le long porté de diffusion de carbone dépendent de temps de maintient et des nuances d'aciers employés. Enfin une zone qui

représente le métal de base, de composition inchangée de teneur en carbone plus faible, où peuvent être présente ferrite et perlite de structure lamellaire.

On conclue que, l'examen de la structure obtenue après faire le traitement de cémentation par observation métallographique est une méthode d'appréciation performante. Cette structure joue un rôle fondamental sur le comportement mécanique des pièces d'aciers traitées à cause de la formation des carbures de fer dans une variété de morphologies et dispersions.

IV-3 Résultats de diffraction des rayons X

Des analyses par diffraction des rayons X avec les conditions citées dans le chapitre précédant, ont été réalisées sur les deux types des aciers faiblement alliés de nuances 16NC6 et 22MC4, afin d'identifier la nature des phases qui constituent la couche de cémentation. Ces analyses ont été effectuées sur des échantillons traités selon les conditions décrits dans le tableau III-3, et nous venons de voir les variations relatives aux différentes conditions de traitement. Deux paramètres ont été pris en compte, la température de cémentation et la durée de maintien, tous les échantillons ont été subis les mêmes conditions de traitement de revenu de température de réchauffage, du temps de maintien et de vitesse de refroidissement. Les figures de diffractogrammes présentées ci-après, montrent la nature des phases présentées en surface des aciers traités et leurs intensités.

Le traitement des diffractogrammes obtenus se fait à l'aide d'un logiciel XPert Highscore qui fait déterminer précisément les positions et les intensités des pics formés. La procédure d'identification des phases s'effectue à l'aide d'un logiciel ICDD (International Center of Diffraction Data) basé sur les données des fiches ASTM (American Society for Testing and Materials), faisant correspondre les distances interréticulaires d_{hkl} aux angles 2θ enregistrés. Pour dépouiller un diffractogramme, on déterminait les trois pics les plus intenses, et on recherchait dans les fichiers ASTM la où les fiches probables pouvant correspondre. Ainsi le premier produit étant identifié, on éliminait les trois pics considérés et on recommençait.

IV-3-1 Pour l'acier 16NC6

Nous allons maintenant analyser l'effet de l'augmentation de température de cémentation (870, 900 et 930°C) et de durée de traitement (2, 4, 6 heures) sur la composition de la couche cémentée de l'acier de nuance 16NC6.

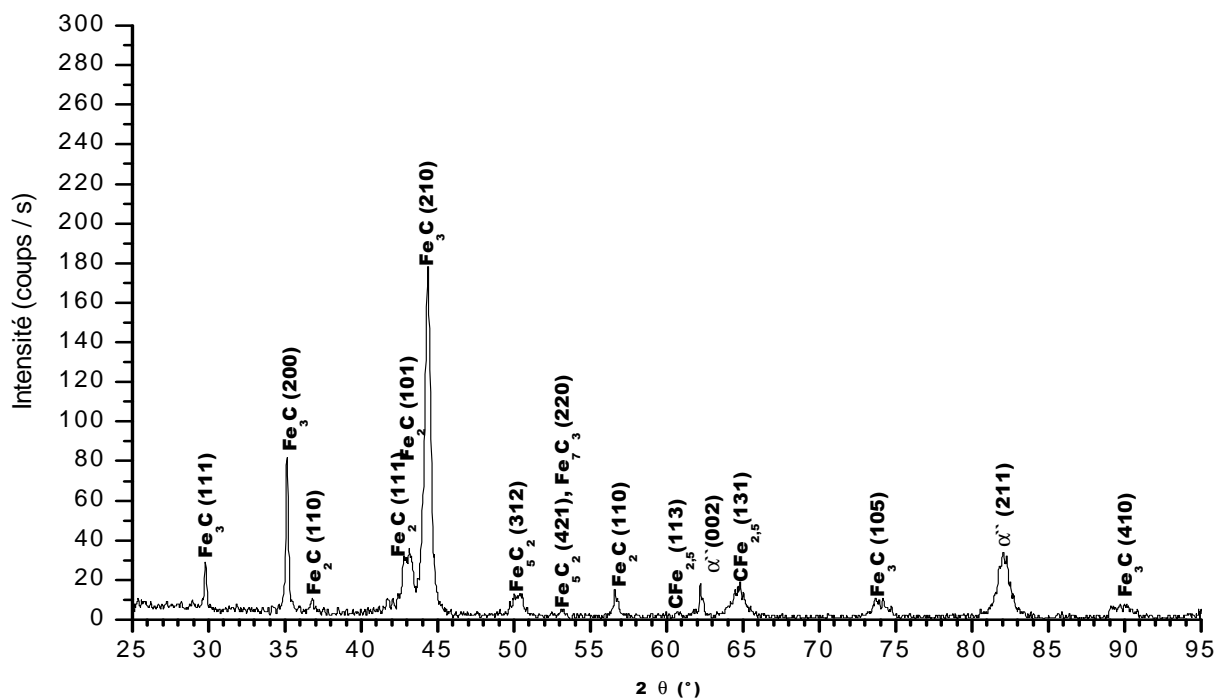


Figure (IV-6) : Diagramme de DRX de l'acier 16NC6 cémenté à 870°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.

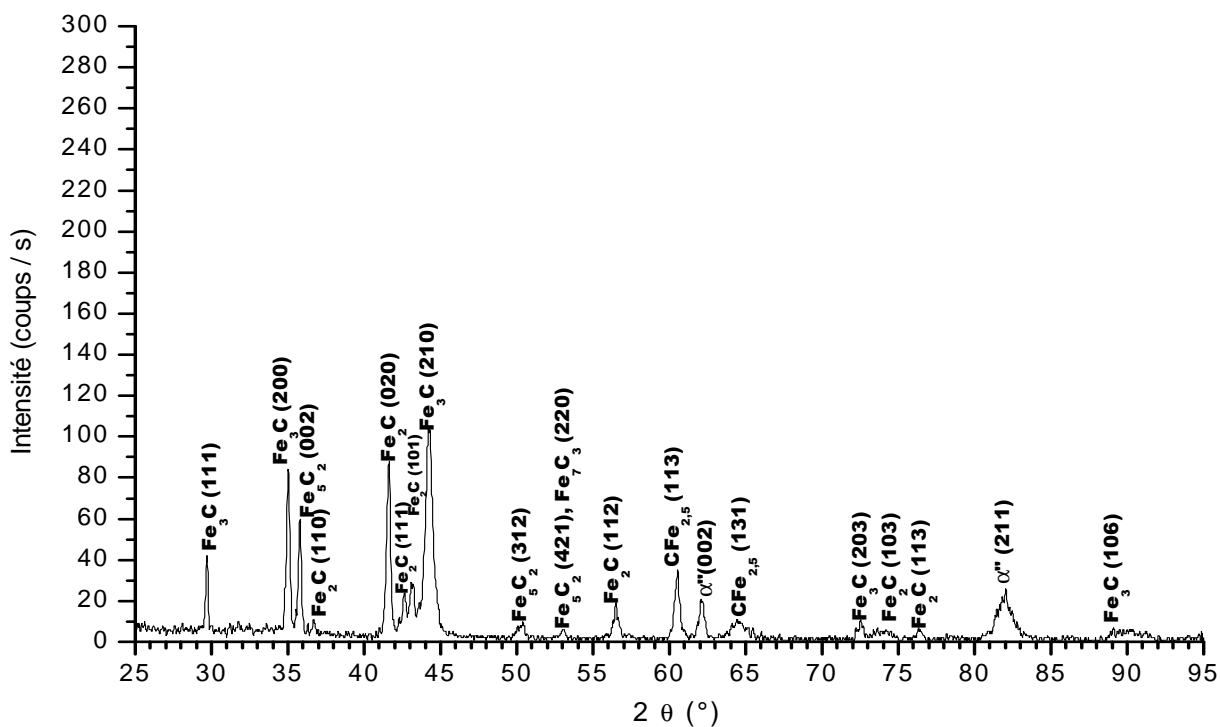


Figure (IV-7) : Diagramme de DRX de l'acier 16NC6 cémenté à 900°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.

La figure (IV-6) présente le diagramme de diffraction de rayons X après cémentation à 870°C pendant 2 heures, qui révèle la présence de différentes phases dans la couche cémentée. Cette figure révèle la présence de la martensite de structure quadratique, de la ferrite de structure cubique, de la cémentite Fe_3C de structure orthorhombique, des carbures de fer : Fe_2C , Fe_5C_2 et $\text{CFe}_{2,5}$ de structure monoclinique et le carbure Fe_7C_3 de structure hexagonale. Le pic le plus intense correspond à la cémentite (Fe_3C). La figure (IV-7) présente le diffractogramme de l'acier cémenté à 900°C pendant 2 heures. Pour cet diffractogramme, nous n'avons pas de différence notable; il présente les mêmes phases mais avec des intensités plus élevées par rapport à celles de traitement précédant. En comparant les intensités relatives des phases présentes, pour ces conditions de traitement, on constate la présence plus importante de la cémentite Fe_3C .

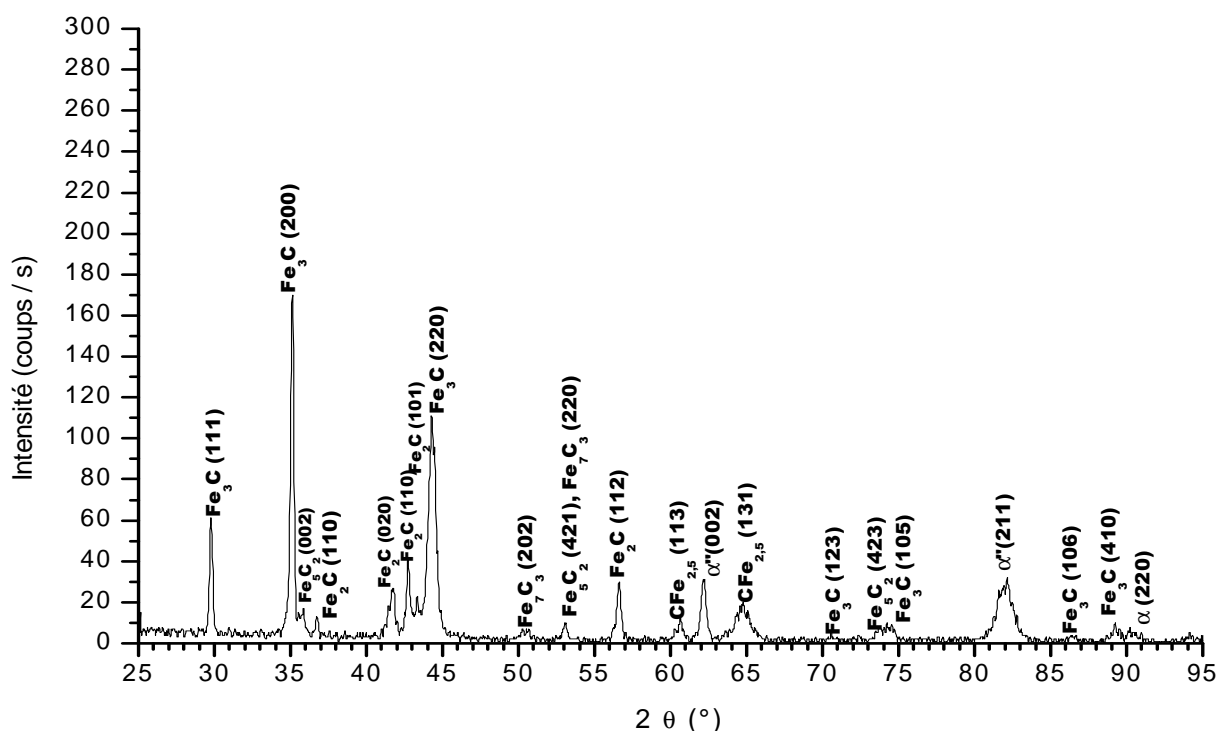


Figure (IV-8) : Diagramme de DRX de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.

La diffraction des rayons X de surface de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C pendant 2 heures (figure IV-8), révèle la présence plus importante de la cémentite qui correspond au pic le plus intense avec une intensité plus élevée par rapport aux traitements de cémentation utilisant 870°C et 900°C comme températures de maintien. La figure révèle aussi la présence de la martensite et d'autres carbures de fer : Fe_5C_2 , $\text{CFe}_{2,5}$, Fe_2C et Fe_7C_3 . Cet diffractogramme montre aussi la présence d'une nouvelle phase, c'est la ferrite de structure cubique.

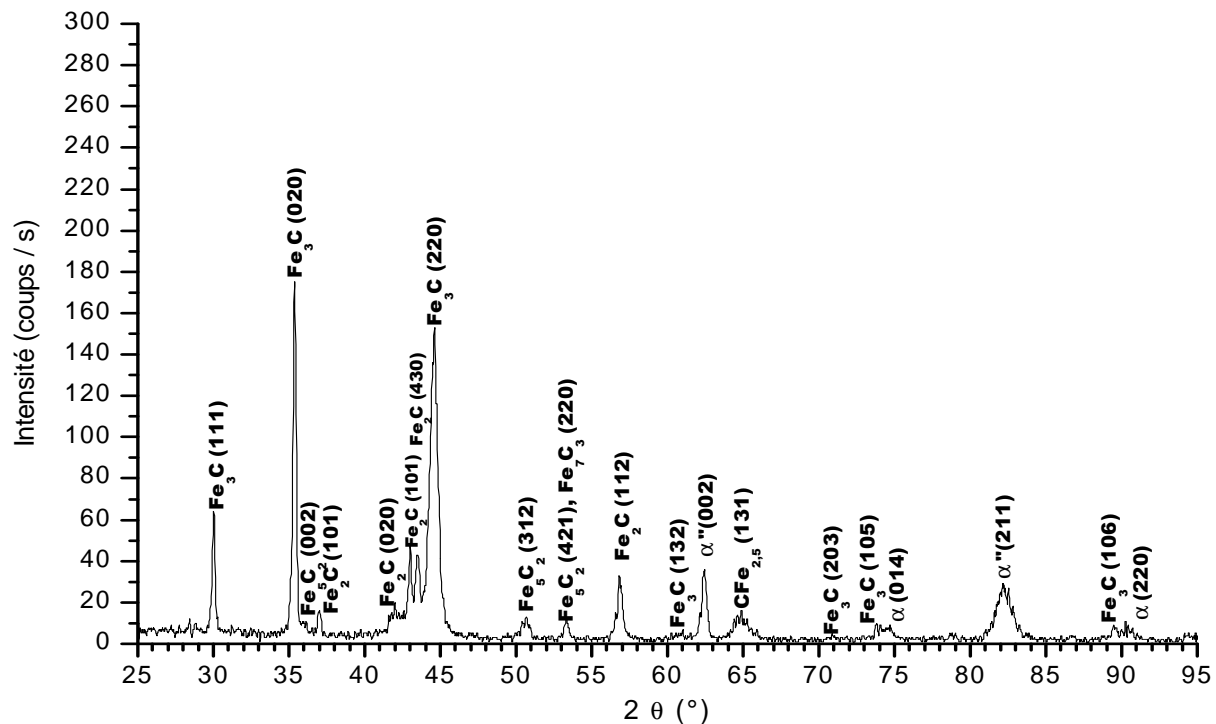


Figure (IV-9) : Diagramme de DRX de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C pendant 4H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.

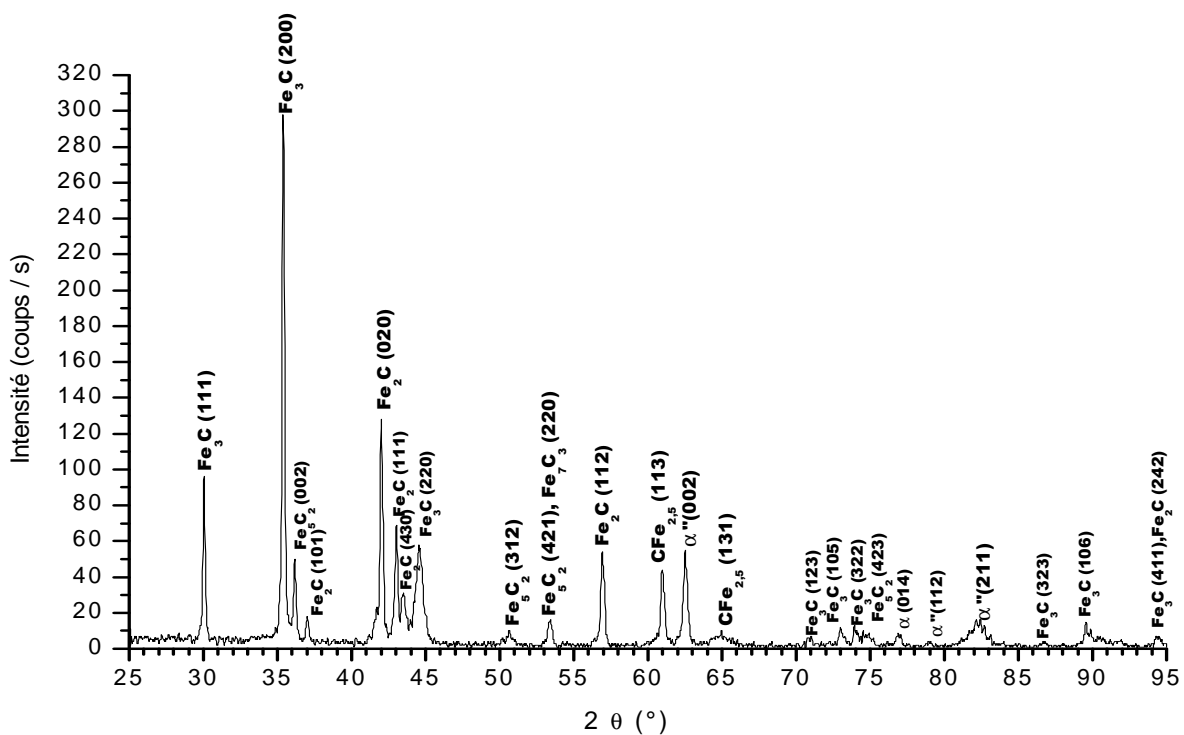


Figure (IV-10) : Diagramme de DRX de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C pendant 6H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.

La figure (IV-9) présente le diagramme de diffraction de rayons X après cémentation à 930°C pendant 4 heures, qui montre la présence de plusieurs carbures de fer, de natures différentes et avec des intensités plus élevée par rapport à celles de traitement utilisant 930°C et 2 heures comme conditions de traitement. On remarque la présence de la cémentite Fe_3C qui correspond au pic le plus intense, de la martensite et de la ferrite, et des carbures : Fe_2C , Fe_5C_2 , Fe_7C_3 et $\text{CFe}_{2,5}$. En comparant les intensités relatives des ces carbures, on constate la présence plus importante de la cémentite (Fe_3C). La figure (IV-10) présente le diffractogramme de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C pendant 6 heures. Pour ce diffractogramme, nous notons une différence notable que ce soit pour les proportions des carbures trouvés ou pour leurs intensités. Nous remarquons sur cette figure la présence de la cémentite qui correspond au pic le plus intense mais avec une intensité plus élevée par rapport à celle des autres conditions de traitement. Cette figure révèle aussi la présence des carbures Fe_5C_2 , Fe_2C , Fe_7C_3 et $\text{CFe}_{2,5}$, de la martensite et de la ferrite avec des intensités plus élevées.

IV-3-2 Pour l'acier 22MC4

Nous venons maintenant de voir l'effet de l'augmentation de température de cémentation (870, 900 et 930°C) et de durée de traitement (2, 4, 6 heures) sur la formation des phases dans la couche cémentée de l'acier de nuance 22MC4 et sur leurs intensités.

La figure (IV-11) présente le diagramme de diffraction des rayons X de l'acier cémenté à 870°C pendant 2 heures. Cette figure révèle la présence de la martensite qui a une structure quadratique et de trois carbures de fer; de la cémentite (Fe_3C) de structure orthorhombique qui correspond au pic le plus intense et des carbures Fe_2C et Fe_5C_2 qui présents dans la couche cémentée sous une structure monoclinique. En comparant les intensités relatives des trois carbures et celle de la martensite, pour ces conditions de traitement, on constate la présence plus importante de la cémentite (Fe_3C). La diffraction des rayons X de surface de l'acier cémenté à 900°C pendant 2 heures (la figure (IV-12)), montre la présence des mêmes phases mais avec des intensités plus élevées. Cette figure révèle aussi la présence de la ferrite dans la couche de cémentation. Par la comparaison des intensités relatives des phases formées, nous constatons la présence plus importante de la cémentite. La figure (IV-13) présente le diffractogramme de l'acier après une cémentation à 930°C pendant 2 heures, qui révèle la présence plus importante de la cémentite qui correspond au pic le plus intense, de la martensite et de la ferrite, et des carbures Fe_5C_2 et Fe_2C . Ces phases sont présents avec des intensités plus élevée par rapport à celles de traitements de cémentation utilisant 870°C et 900°C comme températures de maintien.

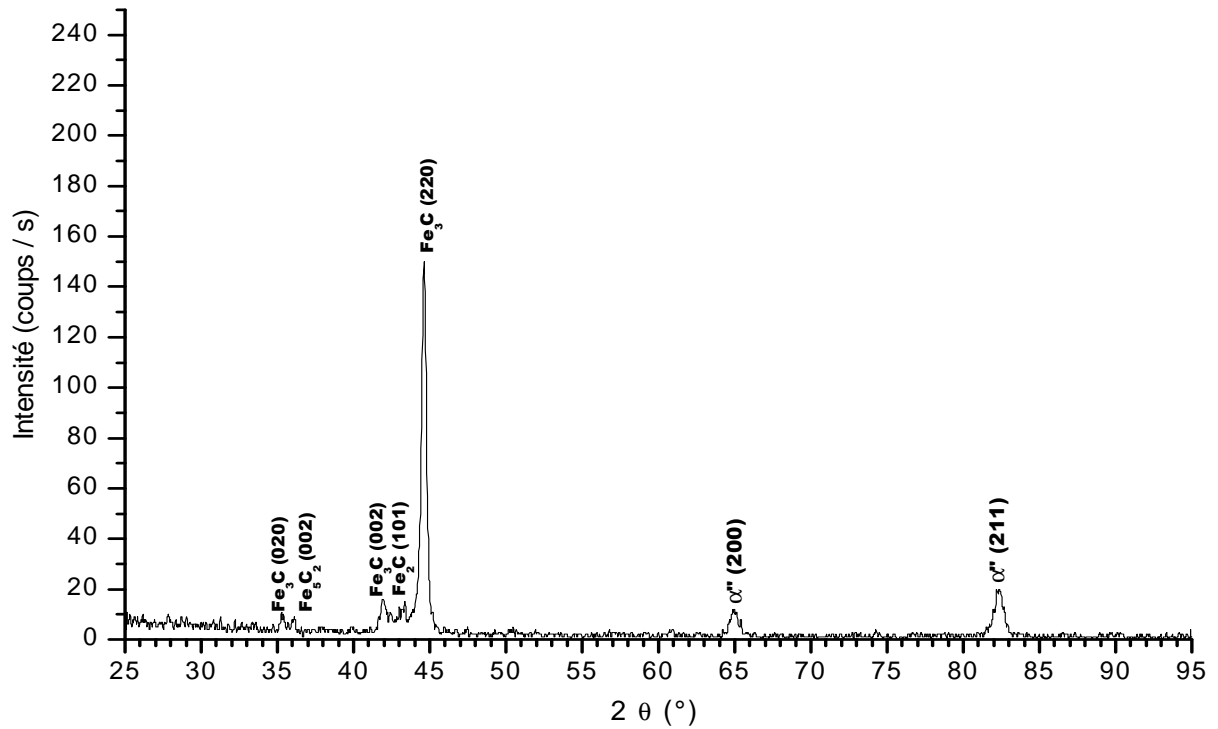


Figure (IV-11) : Diagramme de DRX de l'acier 22MC4 cémenté à 870°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.

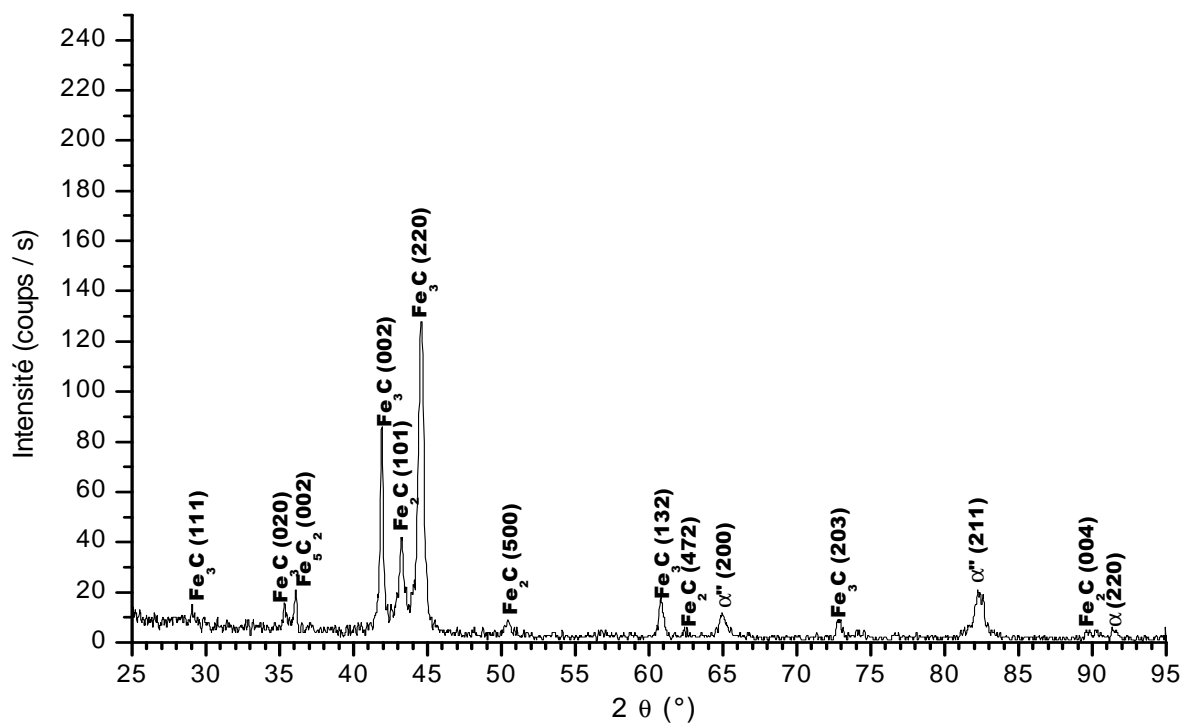


Figure (IV-12) : Diagramme de DRX de l'acier 22MC4 cémenté à 900°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.

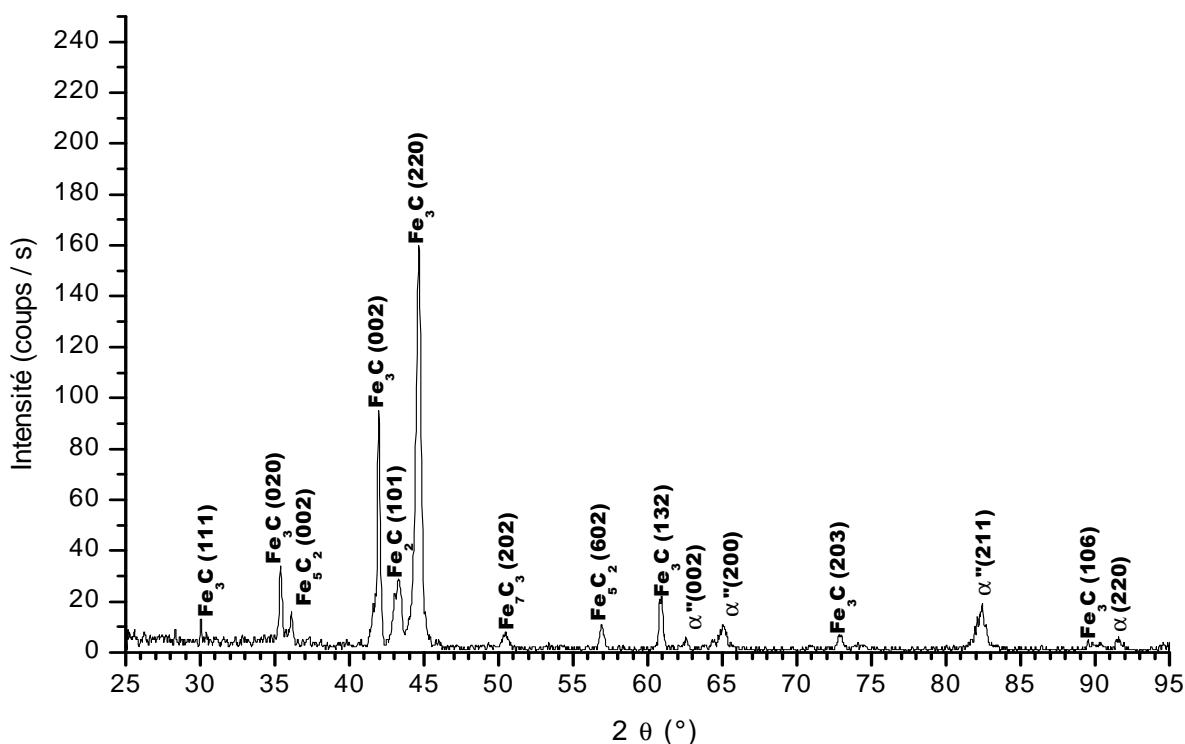


Figure (IV-13) : Diagramme de DRX de l'acier 22MC4 cémenté à 930°C pendant 2H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.

La diffraction des rayons X de surface de l'acier 22MC4 cémentée à 930°C pendant 4 heures (la figure (IV-14)), montre la présence plus importante de la cémentite (Fe_3C) qui correspond au pic le plus intense. Cette figure révèle aussi la présence de la martensite, de la ferrite et d'autres carbures de fer, Fe_2C , Fe_5C_2 et Fe_7C_3 ; avec des intensités plus élevées par rapport à celles de traitement utilisant 930°C et 2 heures comme conditions de traitement. La figure (IV-15) présente le diffractogramme de l'acier 22MC4 cémentée à 930°C pendant 6 heures, qui révèle la présence de plusieurs carbures de fer de nature différente et avec des intensités plus élevées par rapport à celles d'autres traitements. Nous remarquons sur cette figure la présence plus importante de la cémentite de structure orthorhombique qui correspond au pic le plus intense et la présence d'autres carbures de fer, Fe_5C_2 , $\text{CFe}_{2.5}$, Fe_2C et Fe_7C_3 . La figure met aussi en évidence la présence de la martensite et de la ferrite.

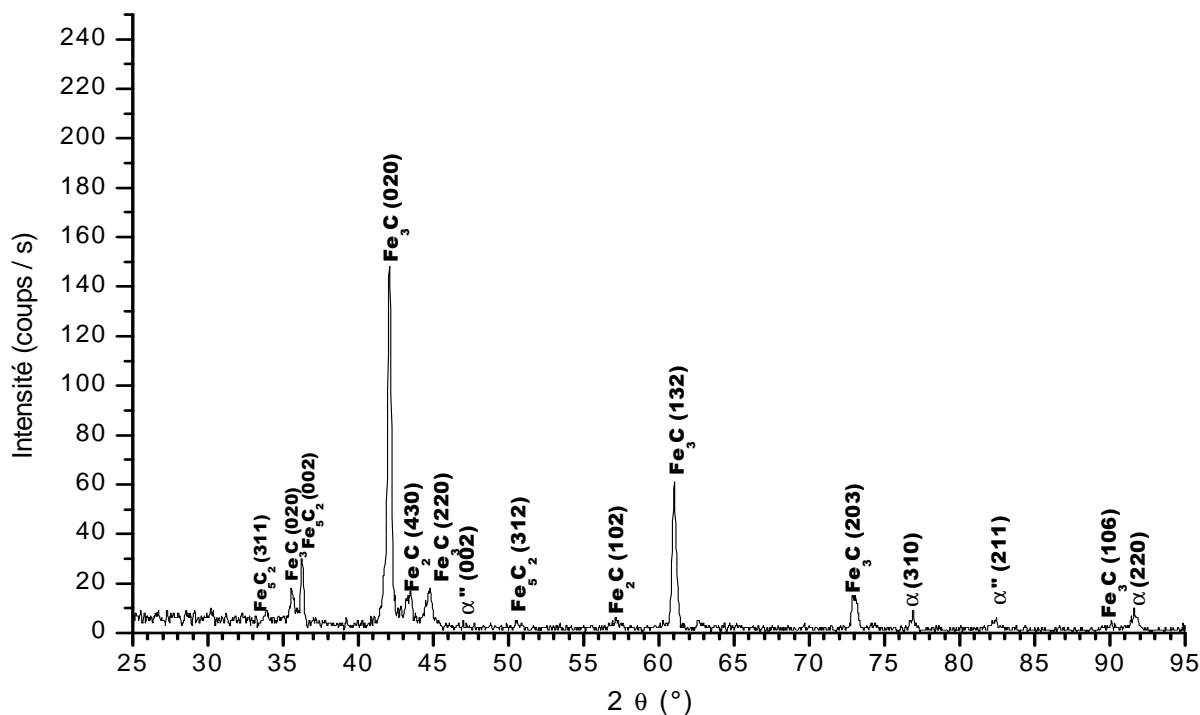


Figure (IV-14) : Diagramme de DRX de l'acier 22MC4 cémenté à 930°C pendant 4H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.

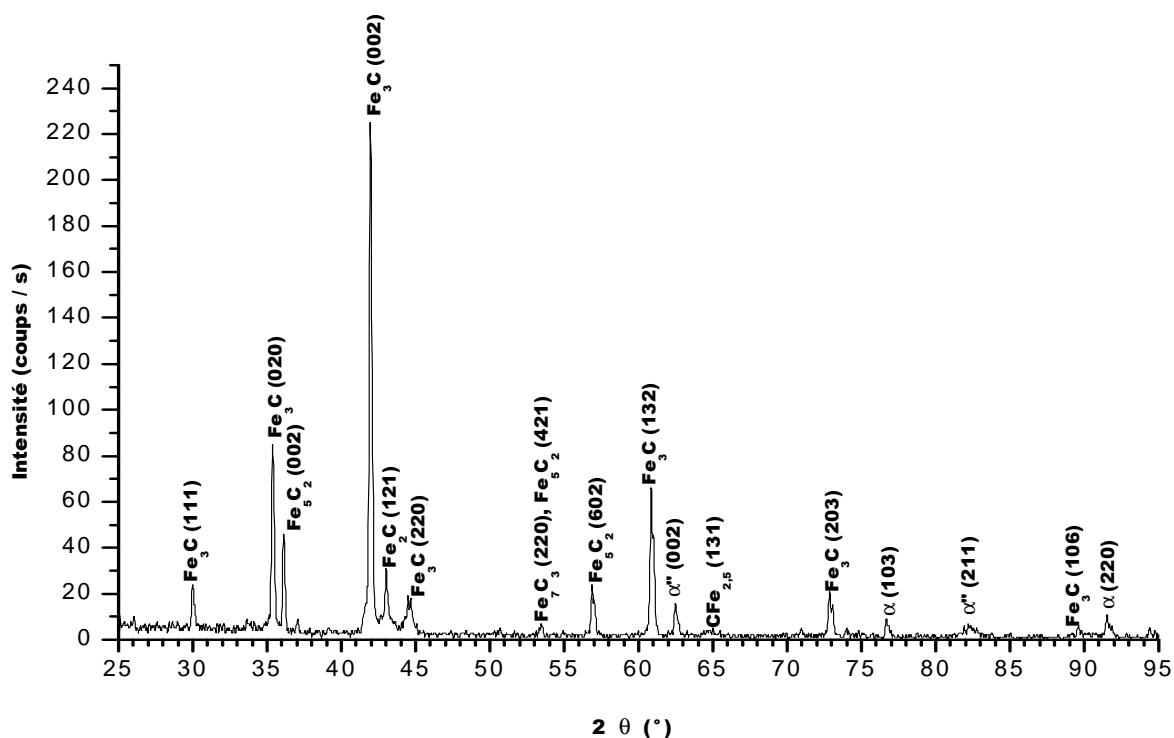


Figure (IV-15) : Diagramme de DRX de l'acier 22MC4 cémenté à 930°C pendant 6H, trempé et revenu à 170°C pendant 2 heures.

IV-3-3 Interprétation des diffractogrammes obtenus

Sur les diagrammes de diffraction des rayons X des aciers faiblement alliés 16NC6 et 22MC4 cémentés selon différentes conditions de température et de temps, trempés à l'huile et revenus à basse température (170°C), on remarque la présence de différentes phases dans la zone carburée dont la nature et la structure cristallographique sont distinctes. Ces diffractogrammes révèlent la présence de la martensite (α') de structure quadratique, de la ferrite (α) de structure cubique, et des carbures de fer; de la cémentite (Fe_3C) de structure orthorhombique, du carbure epsilon Fe_xC ($\text{CFe}_{2.5}$) de structure monoclinique, du carbure Hägg ou kappa (Fe_5C_2) de structure monoclinique aussi et le carbure Eckstrom-Adcock (Fe_7C_3) de structure hexagonale.

On remarque aussi, sur ces diffractogrammes, que les intensités des phases formées dans la couche de cémentation varient avec les conditions de traitements de température de chauffage et de temps de maintien. Nous notons que, le fait d'effectuer un traitement de cémentation avec une degré de température plus élevée (870, 900, 930°C) et un temps de maintien plus long (2, 4, 6 heures) résulte la formation de la ferrite d'une part et l'augmentation des intensités des phases existantes d'autre part. Nous notons également que, le pic le plus intense correspond toujours à la cémentite (Fe_3C).

IV-3-4 Discussion de résultats obtenus

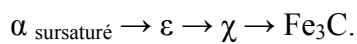
La formation des carbures de fer étant liée à la diffusion du carbone de l'atmosphère environnant dans la matrice de l'acier de base qui mise en solution solide interstitielle dans l'austénite qui par un refroidissement rapide grâce à la trempe étagée effectuée à l'huile puis à l'aire, se transforme à la martensite.

Lors de revenu effectué à basse température, la martensite se décompose aux plusieurs carbures de fer de structures cristallographiques distinctes. La martensite initiale riche en carbone (α') qui a une structure quadratique se décompose, dans la première étape, en donnant le carbure epsilon et la martensite à faible teneur de carbone (α''). Le carbure epsilon est un carbure de fer de composition semblable à celle de Fe_xC ($\text{CFe}_{2.5}$) qui a une structure monoclinique. Par conséquent, la formation de carbure epsilon à des basses températures doit être pensée comme une remise en ordre local des atomes de fer catalysé par le carbone [28]. La martensite à faible teneur de carbone (α'') perd progressivement son carbone sous forme de cémentite [29].

Dans la troisième étape de la décomposition, il s'agit de formation du carbure kappa (χ -carbure) qui est un carbure de fer de structure monoclinique ($\sim \text{Fe}_5\text{C}_2$), ou la formation de la

cémentite (Fe_3C) de structure orthorhombique. Dans les martensites intérieurement jumelés, il est montré par l'analyse métallographique que la nucléation de χ -carbure et de la cémentite se fait aux joints de grains indépendamment du epsilon-carbure et une fois ceci se produit l'epsilon-carbure moins stable doit commencer à se dissoudre [30]. La cémentite Fe_3C est le carbure le plus stable, de ce fait, elle présente avec des intensités plus élevées dans la couche cémentée et correspond aux pics les plus intenses dans les différentes conditions de traitement.

Il y a eu beaucoup de discussion de la relation entre l'arrangement d'atome de fer dans la ferrite, la cémentite, χ et ε -carbures et les possibilités de transformations in situ dans l'ordre de précipités :



La transformation in situ est possible, mais l'évidence expérimentale limitée indique jusqu'ici la nucléation séparée.

Quand on élève la température de cémentation et le temps de maintien, la quantité de carbone mise en solution augmente. L'élévation de la teneur en carbone de la martensite amène l'abaissement de la température de début de transformation martensitique, la transformation de l'austénite en martensite est de moins en moins complète, de ce fait, la structure de martensite comporte des restes d'austénite non transformée. Il faut tenir compte, enfin, de la décomposition de l'austénite résiduelle qui donne une dispersion de cémentite dans la ferrite (α), soit au cours du revenu, soit pendant le refroidissement consécutif à ce traitement.

Lorsque la durée de traitement est plus long et la température de cémentation est plus élevée, la quantité de carbone mise en solution augmente et la diffusion de cet élément de la surface carburée vers l'intérieure de la pièce traitée sera plus grande, ce qui résulte une augmentation de nombres des carbures de fer formés lors de la cémentation ce qui résulte la croissance de leur intensités.

IV-3-5 Conclusion

Le diagramme de diffraction des rayons X des aciers faiblement alliés cémentés forme une véritable signature de la phase cristalline. La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou des phases cristallines présentes et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé.

Le traitement de cémentation provoque des changements métallurgiques importants dans l'acier faiblement allié traité et, en plus de la martensite, la couche superficielle peut comprendre la ferrite et des carbures de fer, la cémentite (Fe_3C), Fe_2C , Fe_5C_2 , $\text{CFe}_{2.5}$ et Fe_7C_3 qui constituent la zone de cémentation. La précipitation des carbures de fer se produit pendant la décomposition de la martensite au cours de revenu de détente. La formation de la ferrite se produit pendant la décomposition de l'austénite résiduelle au cours de revenu ou pendant le refroidissement consécutif à ce traitement. En effet, l'augmentation de température et de durée de traitement de cémentation fait augmenter l'intensité des phases formées dans la couche cémentée.

Le traitement de cémentation montre que, la gamme des propriétés de l'acier dépend de l'existence de la transformation allotropique du fer (l'arrangement d'atomes de fer change de f.c.c (cubique à faces centrées) en b.c.c (cubique centrée) par la trempe), de la solubilité des éléments dans les sites interstitiels (comme l'incorporation de carbone dans les sites interstitiels octaédriques de l'austénite) mais aussi de la formation des carbures avec différentes formes de cristallisation.

IV-4 Résultats de dureté

Après les premiers résultats des traitements de cémentation solide acquis sur la microstructure et les phases constituées la couche cémentée, il était très intéressant d'examiner les caractéristiques mécaniques de cette couche. Dans ce cadre, des analyses systématiques ont été réalisées en profondeur afin de mesurer les profils de duretés des aciers traités aux différentes conditions de traitements pour les deux séries d'expériences (1 et 2) effectuées et décrites dans le tableau (III-1).

Il était très important de tester l'effet de la température et de temps de cémentation et de revenu sur le profil de dureté dans la couche cémentée, la profondeur de cette couche, la capacité de durcissement et sur la profondeur de diffusion de carbone dans les couches internes. On peut donc réaliser des filiations de dureté sur chaque traitement ceci permet de comparer les profondeurs de cémentation, donc les profondeurs des couches de combinaison et de diffusion. L'épaisseur de la zone de combinaison est défini comme étant la profondeur à laquelle on obtient une degré de dureté de 550 Hv. Il est aussi très intéressant de garder l'effet des éléments d'alliage, en particulier le nickel et le manganèse ainsi que le chrome, sur la trempabilité qui correspond à l'aptitude à prendre la trempe ou à durcir en profondeur. Donc, plusieurs essais ont été effectués pour mettre au point les conditions de traitements thermiques de cémentation les mieux adaptés.

IV-4-1 Pour l'acier 16NC6

Nous allons maintenant analyser les profils de dureté de l'acier faiblement allié 16NC6 cémenté selon différentes conditions de traitement, avec les variations de durée et de température ciblées de procédé de cémentation solide, de trempe et de revenu. Il est aussi très important d'examiner l'influence de nickel de teneur de 1,22% en masse et de chrome de teneur de 0,88% en masse, sur la trempabilité.

La figure (IV-16) présente les profils de dureté Vickers mesurés, pour différents degrés de température de cémentation (870, 900, 930°C) pendant un temps de maintien fixé de 2 heures, en fonction de la distance d'indentation mesurée à partir de la surface modifiée. L'influence de la température de cémentation et de revenu sur l'évolution de la dureté dans la couche cémentée est montrée dans cette figure.

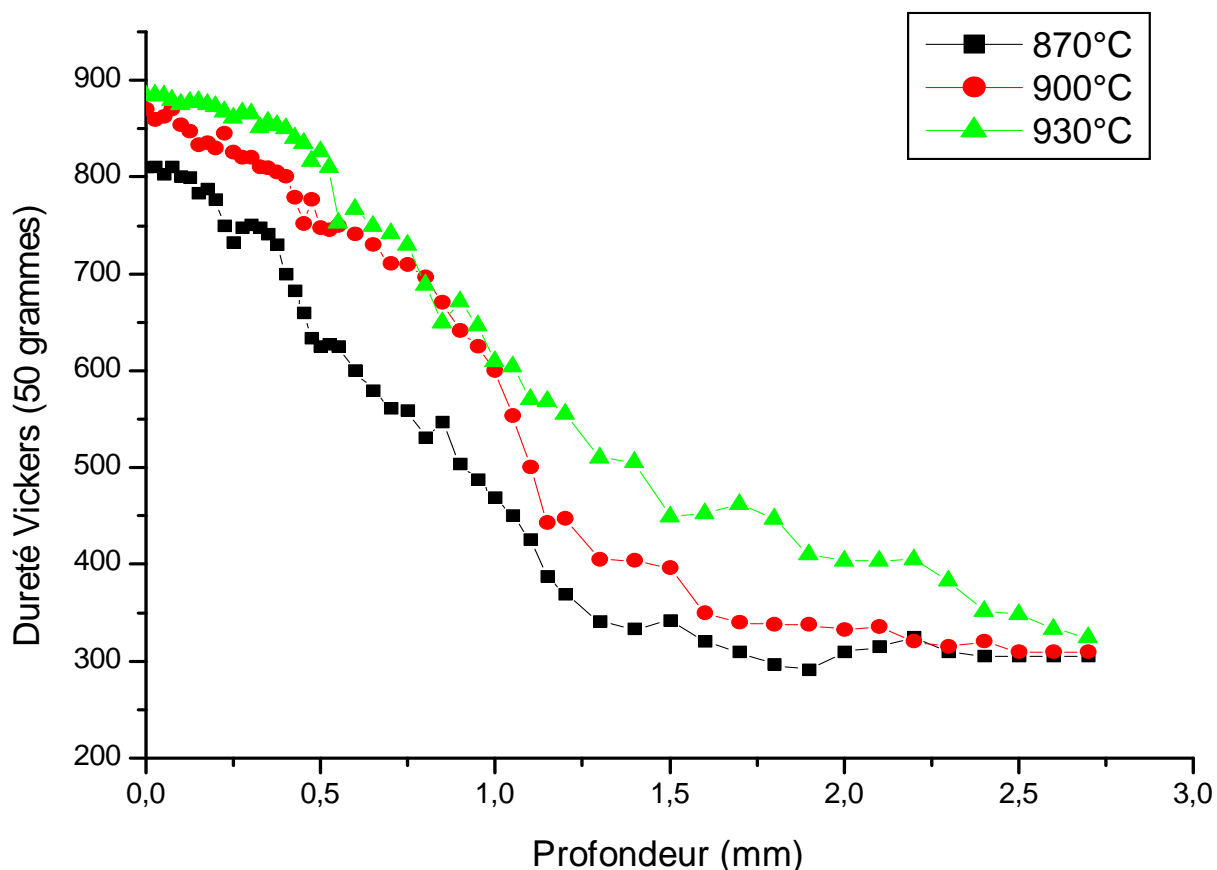


Figure (IV-16) : Profils de dureté de l'acier 16NC6 cémenté pendant 2H, à différentes températures, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2H.

On remarque qu'après le traitement au procédé de cémentation solide, décrit dans le chapitre précédent, l'acier de nuance 16NC6, de diamètre \varnothing de 25 mm et d'épaisseur de 15 mm, se caractérise par des valeurs de dureté superficielle très élevées par rapport au cœur non traité.

Pour la température de cémentation de 870°C de valeur, la pièce cémentée se caractérise par une valeur de dureté à l'extrémité de 810 Hv, pour une valeur de dureté à coeur de 236Hv. La dureté superficielle accrue de 574 Hv par rapport à la dureté à coeur. La profondeur de cémentation est de 2,7 millimètres et celle de la couche de combinaison est 0,85 millimètres. Pour la température 900°C, la valeur de dureté de l'extrémité est 870 Hv qui accrue de 634 Hv par rapport à la dureté à coeur. La profondeur de cémentation est de 2,7 millimètres et celle de la couche de combinaison est 1,05 millimètres. Pour une degré de température de 930°C, l'acier a une dureté de 884 Hv dans la couche superficielle à l'extrémité qui accrue de 648Hv par rapport à la dureté à coeur. La profondeur de cémentation est de 2,7millimètres et celle de la couche de combinaison est 1,2 millimètres.

L'influence de temps de séjours, dans les caisses de ciment solide, des pièces de l'acier 16NC6 sur les filiations de la dureté est illustré par la figure (IV-17), qui montre les profils de dureté en fonction de la profondeur pour différents temps de maintient (2, 4 et 6 heures) à une température fixée qui est 930°C.

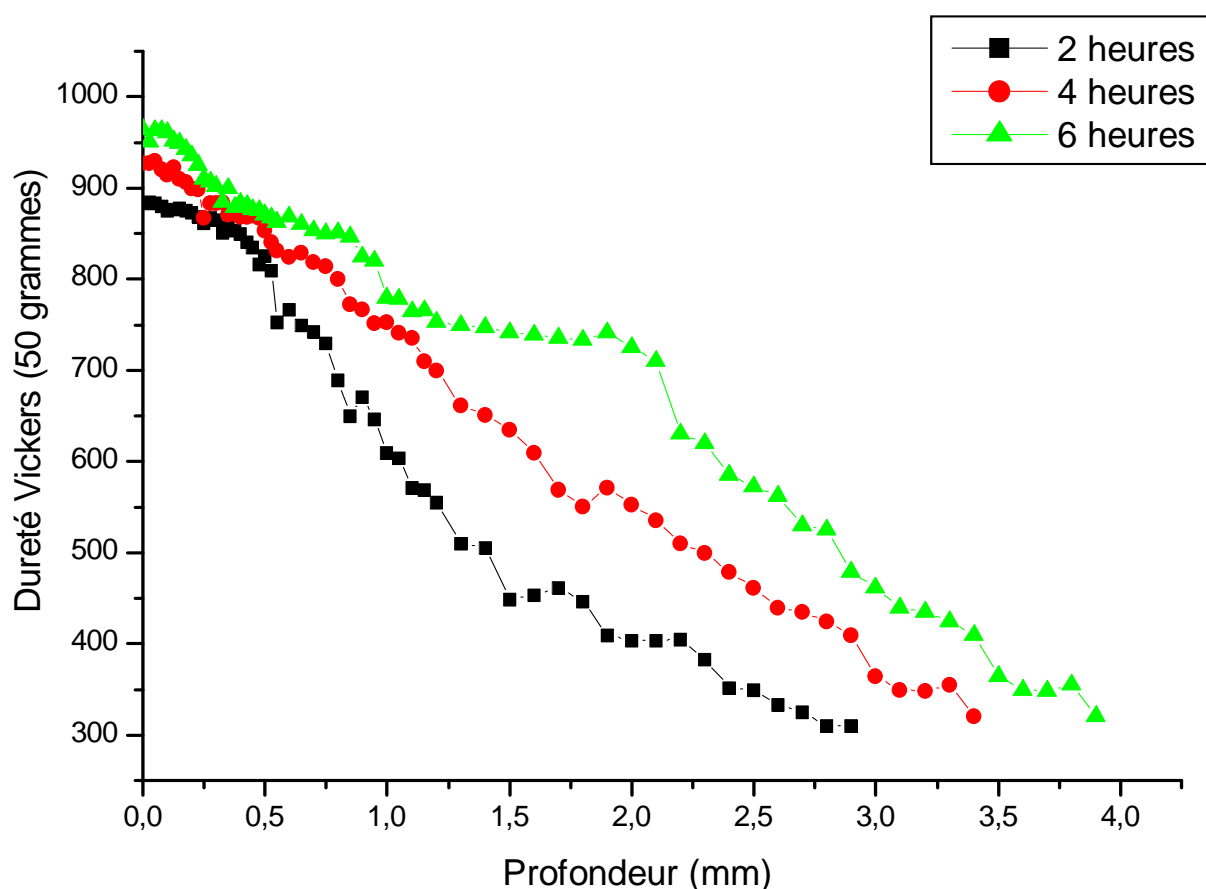


Figure (IV-17) : Profils de dureté de l'acier 16NC6 cémenté à 930°C, pour différents temps, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2H.

On remarque, pour les trois courbes, la décroissance de dureté sur une profondeur bien déterminée de quelques millimètres. Pour un temps de séjour de 2 heures, la valeur de la dureté superficielle mesurée à l'extrémité est de 884Hv, qui accrue de 648Hv par rapport à la dureté à cœur. La profondeur de cémentation est de 2,7 millimètres et celle de la couche de combinaison est 1,2 millimètres. Pour un temps de maintien de 4 heures, l'acier présente une valeur de dureté à l'extrémité de 927Hv qui accrue de 691Hv par rapport à la dureté à cœur de profondeur de cémentation de 3,4 millimètres et celle de la couche de combinaison est 1,9 millimètres. Pour 6heures, l'acier acquis une dureté à l'extrémité de 964Hv qui accrue de 728Hv par rapport à la dureté avant le traitement de cémentation pour une profondeur de 3,9 millimètres et celle de la couche de combinaison est 2,6 millimètres.

La figure (IV-18) présente la micrographie de profil de dureté Vickers mesuré sur l'acier 16NC6 cémenté à 930°C pendant 4heures, trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2heures. Les mesures sont effectuées en partant de la surface le long d'une ligne perpendiculaire à la couche cémentée de façon à représenter aux mieux l'évolution de la dureté dans les couches cémentées.

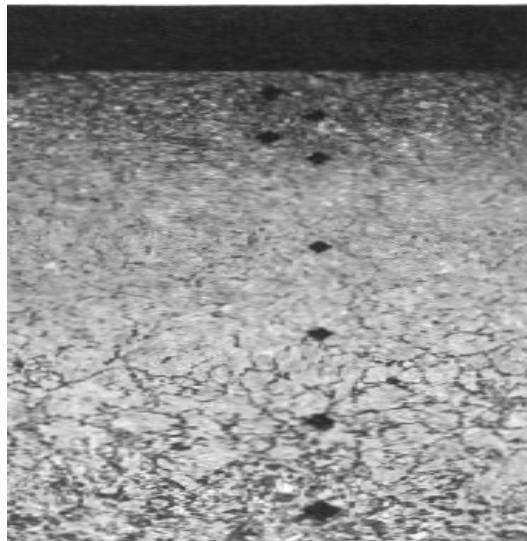


Figure (IV-18) : micrographie de profil de dureté Vickers mesuré sur l'acier 16NiCr6 cémenté (930°C-4heures), trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2heures.

IV-4-2 Pour l'acier 22MC4

Nous allons maintenant analyser l'évolution de la dureté en profil de l'acier faiblement allié 22MC4 cémenté selon différentes conditions de traitement, avec les variations de durée et de température ciblées de procédé de cémentation solide, de trempe et de revenu. Il est aussi très

important d'examiner l'influence d'éléments d'additions, en particulier le manganèse, sur la trempabilité et le durcissement de la couche enrichie en carbone.

La figure (IV-19) présente les profils de dureté Vickers mesurés pour différents degrés de température de cémentation, pour une durée de maintien fixée de 2 heures, en fonction de la distance d'indentation mesurée à partir de la surface modifiée. L'influence de la montée de température de cémentation sur les filiations de la dureté est montrée dans cette figure.

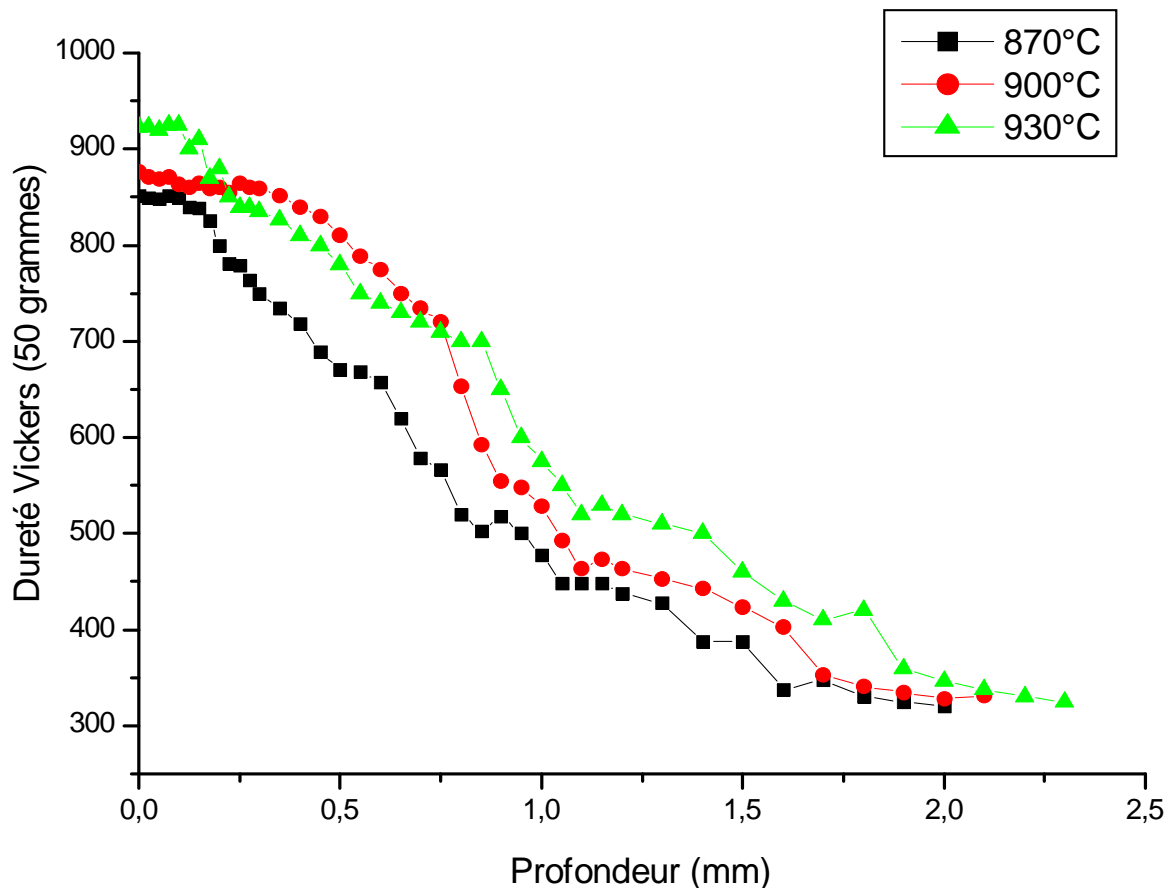


Figure (IV-19) : Profils de dureté de l'acier 22MC4 cémenté pendant 2H, à différentes températures, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2H.

Après le traitement au procédé de cémentation, décrit dans le chapitre III, l'acier de nuance 22MC4, de diamètre $\varnothing=15\text{mm}$ et d'épaisseur égale à 15mm, se caractérise aussi par des valeurs de dureté superficielle à l'extrémité très grandes par rapport au cœur non traité. Pour la température de cémentation de 870°C, l'acier acquis une dureté à l'extrémité de 851HV, pour une valeur de dureté de métal de base mesurée avant le traitement est de 271Hv. La dureté superficielle augmentée de 580Hv de valeur. La profondeur de la couche de cémentation est 2

millimètres et celle de la couche de combinaison est 0,75 millimètres. Pour 900°C, l'acier se caractérise par une dureté à l'extrémité de 876Hv, qui accru de 595Hv de valeur par rapport à celle de l'acier de base pour une profondeur de cémentation de 2,1millimètres et celle de la couche de combinaison est de 0,9 millimètres. Pour la température 930°C, l'acier acquis une dureté à l'extrémité de 923Hv qui accrue de 652Hv par rapport à la dureté avant le traitement de cémentation pour une profondeur de 2,3 millimètres et celle de la couche de combinaison est 1,05 millimètres.

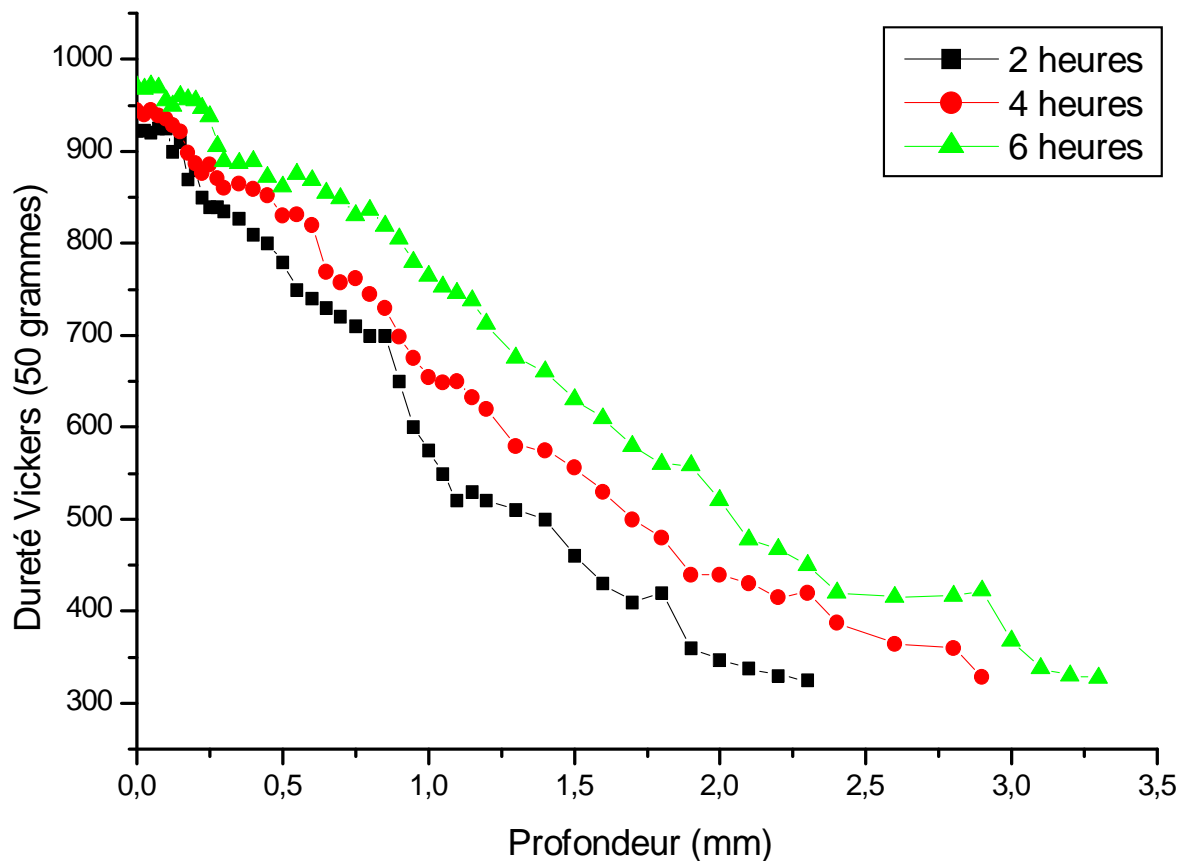


Figure (IV-20) : Profils de dureté de l'acier 22MC4 cémenté à 930°C, pour différents temps, puis trempé à l'huile et revenu à 170°C pendant 2H.

La figure (IV-20) présente les profils de dureté de l'acier 22MC4 pour différent temps de maintien dans les caisses de cémentation (2, 4 et 6 heures), à une température fixée de 930°C de valeur, en fonction de la profondeur. Pour un temps de séjour de 2 heures, la valeur de la dureté mesurée à l'extrémité est de 923Hv, pour une valeur de dureté de métal de base de 271Hv. La dureté à l'extrémité accrue de 652Hv par rapport à celle du cœur. La profondeur de cémentation est de 2,3millimètres et celle de la couche de combinaison est de 1,05millimètres. Pour un temps

de maintient de 4 heures, l'acier acquis une dureté à l'extrémité de 945Hv qui accrue de 674Hv par rapport à celle de l'acier de base. La profondeur de cémentation est de 2,9 millimètres et celle de la couche de combinaison est 1,5 millimètres. Pour 6 heures, l'acier se caractérise par une dureté à l'extrémité de 970Hv, qui accru de 699Hv de valeur par rapport à celle de l'acier de base pour une profondeur de cémentation de 3,3millimètres et celle de la couche de combinaison est 1,9 millimètres.

IV-4-3 Interprétation des courbes

Les courbes précédentes donnent les profils de dureté, sur une coupe transversale le long d'une ligne perpendiculaire à la couche cémentée, en fonction de la distance entre la surface modifiée et le noyau des pièces traitées sur quelques millimètres. On remarque, dans toutes les courbes pour les deux types d'aciers 16NC6 et 22MC4, que la dureté est maximale à l'extrémité et elle est décroît au fur et à mesure que la distance jusqu'au cœur diminue, et que la dureté mesurée demeure élevée jusqu'à une distance relativement grande de l'extrémité sur quelques millimètres de profondeur.

On remarque aussi que l'évolution de la dureté globale est une fonction des conditions de cémentation de température et de temps de maintient ainsi que de la vitesse de refroidissement et de la composition de l'acier traité.

Nous notons que, le fait d'effectuer une montée de degré de température de cémentation de 30°C de différence (870, 900, 930°C) résulte une augmentation de la dureté à l'extrémité, mais les profils et les longueurs de diffusion de carbone de la surface de la pièce vers l'intérieure sont sensiblement les mêmes que ce soit pour l'acier 16NC6 ou pour l'acier 22MC4.

Nous notons aussi que, le fait d'effectuer une montée de temps de séjours (2, 4, 6 heures) résulte une augmentation des longueurs de diffusion de carbone dans les couches internes de la pièce traitée et une augmentation notable de la dureté de la couche superficielle enrichie en carbone. De plus, le traitement à 930°C, 6 heures, confère à l'acier la valeur de la dureté la plus importante que ce soit pour l'acier 16NC6 ou pour l'acier 22MC4.

IV-4-4 Discussion de résultats obtenus

L'extrémité trempée brutalement à l'huile présente une dureté maximale à cause de l'opération de l'apport de carbone par le milieu carburant utilisé, qui est le ciment solide dans notre cas, sous l'influence de la température élevée, et de la diffusion de ce carbone de la surface

vers l'intérieure de la pièce traitée d'une part et de la transformation martensitique induite de la trempe d'autre part. En effet, l'opération de l'apport de carbone aux surfaces des pièces se fait à hautes températures et qui correspondent à celles d'austénitisation ce qui permet une grande solubilité de carbone dans les sites interstitielles de la phase austénitique ainsi formée. La surface du métal devient un acier très carburé austénitique qui, par trempe étagée à l'huile puis à l'air, se transforme en martensite, qui a une structure quadratique et qui présente une dureté plus élevée et proportionnelle à la teneur en carbone. La martensite riche en carbone se transforme lors de revenu aux d'autres carbures de fer, comme la cémentite (Fe_3C), Fe_2C et Fe_5C_2 , qui présentent aussi des duretés élevées et qui ont des structures cristallographiques déterminés en utilisant la diffraction des rayons X, comme nous avons vus précédemment. La martensite et les autres carbures ainsi formés constituent la zone de combinaison.

Plus en profondeur, la vitesse de refroidissement diminue à mesure que la distance jusqu'au cœur diminue, donc, la transformation de l'austénite dure plus longtemps ce qui permet une plus grande diffusion du carbone et la transformation de l'austénite en bainite. De ce fait, la décroissance de la dureté est probablement liée à la présence de bainite qui constitue la zone de diffusion et qui a une dureté supérieure à celle d'une constitution ferrite perlite mais inférieure à celle de la martensite. Le durcissement par cémentation dans la zone de diffusion est dû à l'apparition de bainite qui limite la mobilité des dislocations. Dans cette zone, le carbone est combiné aussi avec les éléments d'alliages pour former des carbures intragranulaires (montrés dans les micrographies acquises par la microscopie optique) qui peuvent conduire à des durcissements important selon les éléments d'alliages.

Le cœur des pièces traitées, pour une composition inchangée, présente une dureté plus faible, par rapport à l'extrémité, où peuvent être présente ferrite et perlite. L'âme de la pièce demeure un acier doux car il n'y a pas de diffusion de carbone dans cette zone. Ainsi, le cœur ne prend pas la trempe et il ne subit aucun durcissement et reste inchangé.

La dureté mesurée demeure élevée jusqu'à une distance relativement grande de la surface modifiée, sur quelques millimètres de profondeur, à cause de la présence des éléments d'additions, en particulier le chrome et le manganèse qui, augmentent la solubilité de carbone et apportent aussi une forte trempabilité ce qui permet un durcissement en profondeur.

Le fait d'effectuer une montée de température de cémentation résulte une augmentation de l'activité de carbone dans l'acier ce qui permet une croissance de taux de carbone diffusé, donc, ce qui amène une augmentation de dureté de l'extrémité, des duretés de la couche de

combinaison et des longueurs de diffusion. Quand on élève le temps de cémentation, le taux de carbone mis en solution avec le fer augmente et la diffusion de ce carbone vers l'intérieure de la pièce traitée croît ce qui résulte une croissance notable des longueurs de diffusion, de dureté de l'extrémité et des duretés de la couche de combinaison. En effet, l'élévation de la teneur en carbone de la martensite et d'autres carbures, celle de l'austénite initiale, amène un accroissement de la dureté au voisinage de la surface. Le durcissement de ces carbures 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.

IV-4-5 Conclusion

La microdureté étant fortement dépendante de la microstructure de la couche cémentée et surtout de la nature des constituants qui sont formés, les éléments d'addition présents dans l'acier ainsi que les paramètres de traitements vont donc avoir une influence sur les profils obtenus après traitements.

Dans le traitement de cémentation, quelque soit la nuance de l'acier faiblement allié utilisé, après l'opération de l'apport de carbone, une couche très carburée apparaît près de surface. Un point important dans ces traitements est le rôle de trempe à l'huile, elle permet notamment de produire le durcissement de la couche enrichie par formation de martensite et d'autres carbures de fer comme la cémentite (Fe_3C), Fe_2C , Fe_5C_2 ...qui ont des duretés très élevées et qui constituent la couche de combinaison. Cette couche s'étend sur quelques millimètres, de profondeur varie avec les conditions de traitement de cémentation de température et du temps et avec la nature de l'acier utilisé. Plus en profondeur, une autre couche apparaît, c'est la couche de diffusion de carbone de la surface vers l'intérieur de la pièce cémentée. Le durcissement de cette couche est résulte de la présence de bainite à cause de la diminution de la vitesse de refroidissement et il est dépend de la teneur en carbone diffusé. La température, le temps de séjour et la composition de l'acier sont ce qui détermine les longueurs de diffusion. La diffusion de carbone vers les couches internes de la pièce traitée est d'autant plus grande que le temps de maintien est plus longs et que la température de cémentation est plus élevée. Le cœur de la pièce cémentée ne subit aucun changement, il présente une dureté plus faible par rapport à la couche enrichie en carbone.

En effet, pour les aciers faiblement alliés (16NC6) et (22MC4), le faible pourcentage d'éléments d'aditions ne limite pas la capacité de durcissement en profondeur. Au contraire, les éléments d'addition permettent d'obtenir des duretés élevées sur des grandes distances en

profondeur de l'ordre de quelques millimètres. On constate que les éléments d'addition présents dans l'acier, en particulier le chrome et le manganèse, jouent un grand rôle dans la constitution de profils de diffusion de carbone de l'extrémité vers les couches internes. La trempabilité dépend énormément des éléments d'alliages de l'acier qui peut-être représentée par les profils de dureté donnant la dureté dans une section transversale d'une pièce en acier en fonction de la distance au centre.

Pour la pratique, ces expériences montrent qu'en général, l'amélioration maximale de dureté de l'acier faiblement allié correspond à la réalisation de traitement de cémentation suivie de trempé et du revenu. L'utilisation de l'huile comme un milieu de trempé permet un refroidissement relativement lent tout en donnant une dureté élevée et pour obtenir de grandes duretés, le revenu sera effectué à une basse température.

On conclut que la cémentation est un enrichissement superficiel en carbone d'un acier avec peu de carbone pour faire accroître la tendance de cet acier à prendre la trempé superficiellement. Cela permet d'avoir une forte dureté en surface et un coeur plus mou qui permet d'absorber des déformations, des chocs,... comme par exemple les pignons qui se sont cémentés pour obtenir des dents très dure et coeur résilient. Le carbone peut produire un durcissement des aciers, soit par effet de mise en solution solide interstitielle, soit par effet de précipitation de carbures de fer. Dans les aciers cémentés, trempés et revenus, le carbone a un effet sur la dureté de la martensite et les autres carbures obtenus. D'autre part, la solubilité du carbone est améliorée par la présence d'éléments d'alliages tels que le manganèse et le chrome.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans les applications industrielles, les aciers ont un rôle très important. Après fabrication et avant leur mise en service, ils nécessitent des traitements thermiques spécifiques et souvent complexes. Très souvent des traitements thermiques superficiels sont utilisés pour améliorer les caractéristiques de surface des pièces et pour permettre leur utilisation en conditions sévères. La cémentation est le plus ancien traitement thermo-chimique de durcissement superficiel maîtrisé par l'homme utilisé pour produire une combinaison de propriétés, à savoir, une dureté élevée en surface jointe à une bonne ténacité et une bonne ductilité à cœur de l'acier traité. Les procédés les plus courants sont la cémentation en caisse, la cémentation gazeuse, la cémentation en bain de sels et la cémentation ionique. De manière générale, quel que soit le procédé utilisé, le processus de cémentation des aciers consiste à traiter une pièce par enrichissement superficiel en carbone en l'exposant à une atmosphère carbonée à haute température. Cette phase d'enrichissement est généralement suivie d'une trempe à l'huile pour durcir la surface par formation de la structure martensitique et d'un revenu basse température pour enlever la fragilité du matériel, éliminer les contraintes et ajuster la dureté finale par formation des carbures. Seules les pièces d'aciers à cœur ductile peuvent être cémentées car il faut que l'élévation de la dureté et de la résistance des couches superficielles qui entraînent une fragilité importante soit compensées.

Pour ce travail et en vue d'améliorer le comportement mécanique des échantillons, deux types d'aciers faiblement alliés de nuances, 16NC6 et 22MC4, cémentés par mise en contact avec des substances carbonées solides pour différents degrés de températures de cémentation et de temps de maintien, ont été subis un traitement supplémentaire de trempe à l'huile et de revenu à basse température. Deux séries de cémentation en caisse ont donc été réalisées sur les deux types d'aciers: la première permet de vérifier le rôle de la température de traitement, la seconde permet de vérifier le rôle du temps de séjour de traitement sur les propriétés physiques et mécaniques de la pièce cémentée de l'acier faiblement allié. Pour la première série d'expériences, seule la température de four a varié, la durée des traitements étant constante. Pour la seconde série, la température de four était fixée, nous avons fait varier la durée de séjour des pièces dans le four.

Etudier le comportement de l'acier cémenté nécessite une caractérisation précise qui comprend, d'une part, les aspects structuraux, c'est-à-dire l'étude de la microstructure obtenue par l'analyse métallographique et l'identification des phases existantes par la méthode de diffraction des rayons X. D'autre part, il est nécessaire de déterminer l'état mécanique de la pièce traitée notamment l'évolution de la dureté en profile des couches cémentées.

Les micrographies obtenues par l'analyse métallographique en utilisant la microscopie optique montrent que, le traitement de cémentation qui se suit par des traitements de trempe et de revenu, provoque des changements structuraux importants dans la pièce d'acier faiblement allié traitée, il permet d'avoir une couche superficielle très carburée grâce à la diffusion du carbone de ciment vers l'intérieure de la pièce. Après traitement de cémentation, le métal du coeur de la pièce, où il n'y a pas de diffusion de carbone, n'a pas subi de changement et on obtient un acier trempé-revenu de structure constituée de ferrite qui se présente sous forme de polyèdres blancs dont les joints de grains apparaissent en foncé, et de perlite qui est formée de lamelles alternées de cémentite et de ferrite, tandis qu'à la surface on trouve une couche complexe qui est la couche carburée composée essentiellement des plaquettes des carbures de fer et de la martensite en blocs (lattes) à faible teneur en carbone en extrême surface et de troostite, sous forme lamellaire, dans la zone de diffusion. La microstructure des couches obtenues des pièces traitées dépend de la teneur de carbone, de la vitesse de refroidissement et de la composition de l'acier utilisé. Pour des basses vitesses de refroidissement, une phase lamellaire appelée perlite est formée; pour les hautes vitesses, la martensite est favorisée; entre les deux, on observe plutôt de la bainite.

La mesure des profondeurs de cémentation par observation métallographique est une autre méthode d'évaluation performante. Les profondeurs de traitement sont fonction de la température de cémentation, de temps de séjour et de la composition de l'acier utilisée. Les longueurs de diffusion de carbone de la surface vers les couches intérieures des pièces traitées, dépendent de temps de maintien et des nuances des aciers employés. En effet, la faible présence des éléments d'alliages ne limite pas la diffusion de carbone. Au contraire, la solubilité de carbone est améliorée par la présence d'éléments d'alliages tels que le manganèse, le chrome et le molybdène.

Les diffractogrammes obtenus par l'utilisation de la méthode de diffraction des rayons X nous a permis d'identifier la nature de chaque phase cristalline au sein des échantillons cémentés des deux types d'aciers. Ces diffractogrammes révèlent la présence de différentes phases dans la couche cémentée, en plus de la martensite, elle peut comprendre la ferrite et des carbures de fer, Fe_3C , Fe_2C , Fe_5C_2 , $\text{CFe}_{2,5}$ et Fe_7C_3 , qui ont différentes formes de cristallisation. La formation de ces carbures étant liée à la diffusion du carbone de ciment solide dans la matrice de l'acier de base qui mise en solution solide interstitielle dans l'austénite qui transforme après la trempe à la martensite qui se décompose à son tour, lors de revenu, en un complexe de carbures de fer et martensite à faible teneur en carbone qui constituent la couche de cémentation. La formation de la ferrite se produit pendant la décomposition de l'austénite résiduelle au cours de revenu ou

pendant le refroidissement consécutif à ce traitement. En effet, l'augmentation de température et de durée de traitement de cémentation fait augmenter l'intensité des carbures formés.

Les diagrammes de diffraction ou diffractogrammes des aciers faiblement alliés cémentés forment une véritable signature de la phase cristalline. La position des pics de diffraction permet l'identification des phases présentes et leurs structures cristallines et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé. L'identification se fait en fonction de l'intensité des pics et de leur position (angle 2θ).

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

L'enrichissement de carbone au cours duquel la pièce en acier est soumise à l'état austénitique produit une couche superficielle à teneur en carbone plus élevée par diffusion atomique qui, par trempe, acquiert une grande dureté par formation de martensite et de bainite. 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 bloquent le mouvement des dislocations et durcissent donc l'acier. Mais elle provoque également une fragilité, d'autant plus grande que la teneur en carbone est plus élevée. Le durcissement par trempe est donc accompagné d'une fragilisation. C'est pour cette raison que le traitement de trempe est habituellement suivi d'un revenu, qui est un chauffage avec maintien plus ou moins prolongé à une température inférieure au point de transformation. Ce revenu a pour effet un adoucissement avec, simultanément, une diminution de la fragilité. Il permet d'ajuster les caractéristiques de résistance et de ductilité de l'acier à celles qui conviennent pour l'emploi envisagé par affinage de la structure et de la dispersion des carbures de fer dans la ferrite.

L'obtention de profil de dureté permet de déterminer la profondeur de cémentation. De cette façon, différents traitements peuvent être comparés entre eux. Cette profondeur est d'autant

plus élevée que le temps de maintien est très long et la température de cémentation est élevée. Les courbes de profils de dureté permettent de représenter la capacité de trempe de l'acier et qui, dans certaines conditions, permettra d'évaluer la dureté en divers points d'une pièce trempée. L'exploitation des résultats de ces courbes nous permet de constater que l'ajout d'éléments d'alliage tels que le nickel et le manganèse améliore la trempabilité de l'acier. En effet, pour les aciers faiblement alliés (16NC6) et (22MC4), le faible pourcentage d'éléments d'additions ne limite pas la diffusion de carbone. Au contraire, les éléments d'addition permettent d'obtenir des duretés élevées sur des grandes distances en profondeur.

La dureté étant fortement dépendante de la microstructure de la couche cémentée et surtout de la nature des constituants qui sont formés, les éléments d'addition présents dans l'acier ainsi que les paramètres de traitements vont donc avoir une influence sur les profils obtenus après traitements.

On conclut que la cémentation des aciers est un procédé pour augmenter la dureté à la surface en augmentant la teneur en carbone par la diffusion à travers la surface, tout en gardant le cœur de l'acier à sa basse teneur en carbone, question de rendre dur la surface, ce qui permet de résister aux efforts, et garder le cœur tenace qui permet d'absorber des déformations et des chocs. Donc, le carbone peut produire un durcissement des aciers, soit par effet de mise en solution solide interstitielle dans l'austénite qui transforme après la trempe à la martensite, soit par effet de précipitation de carbures de fer ou carbures des éléments d'alliage.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] : Fabrication de l'acier, Document internet. 2007.
http://fr.wikipedia.org/wiki/Fabrication_de_l'acier.
- [2] : Propriétés des éléments introduits, Document internet. 2008.
<http://pagesperso-orange.fr/arcane41/MATER's/Métaux fontes/3elements.htm>.
- [3] : Dr. Gilles Olive, "Chimie des matériaux" 3^{ème} Edition (2005), PP (106, 109).
- [4] : Les différentes phases de l'acier, Document internet. 2007.
[http://fr.wikipedia.org/wiki/Phase_\(matière\)](http://fr.wikipedia.org/wiki/Phase_(matière)).
- [5] : Diagramme Fe-C et ses constituants métallographiques, Document internet. 2007.
<http://pagesperso-orange.fr/arcane41/MATER's/Métaux- fontes/4diagramme.htm>
- [6] : Les alliages- fiche technique, Document internet. 2007.
[http://www.precimetal.be /Page_Generale.asp? DocID=1843](http://www.precimetal.be/Page_Generale.asp?DocID=1843).
- [7] : Benjamin MARTIN, Résumé de cours « Matériaux », pp (11, 12).
- [8] : Le revenu, Document internet. 2008.
<http://cf.geocities.com/mbara2/revenu.htm>
- [9] : Quelques traitements thermiques, Document internet. 2007.
http://www.angers.ensam.fr/ressources/fonderie/panhard_richemont/pages/page_tr_thermiques.htm#II.
- [10] : Härterei Gerster, traitements thermiques "la trempe superficielle", page (4).
- [11] : Chafik Labidi, amélioration de la durée de service d'outils d'usinage du bois par traitements de surface et préparation de l'arête de coupe, Thèse de doctorat. (2006). Page (18).

- [12] : Les traitements thermiques modifiant la composition chimique des aciers, Document internet. 2007.
<http://www.fours-occasion.com/traitements.html#I0001ba6c>.
- [13] : Dr. Gilles Olive, "Chimie des matériaux" 3^{ème} Edition (2005), P (47,48).
- [14] : La cémentation, Document internet. 2008.
<http://cf.geocities.com/mbara2/cementation.htm>
- [15] : R. Fayolle, B. Courtois et R. Rottier, ateliers de traitement thermique "hygiène" et sécurité, page (6).
- [16] : Traitement thermique. Document internet. 2007
http://fr.wikipedia.org/wiki/Traitement_thermique#La_trempe.
- [17] : S.Kajiwara, "Theoretical analysis of the crystallographic of the martensitic transformation of BCC to 9R close-packed structure", Transaction of the Japan Institute of Metals, Vol. 17 (1976) pp. 435-446.
- [18] : Belkhiri kaouache, "Analyse multiechelles de la transformation martensitique induite par contrainte dans les alliages a mémoire de forme. corrélation contraintes microstructure", Thèse de doctorat. (2006). P (5).
- [19] : Mohamed Reda Berrahmoune, "Transformation martensitique et rupture différée dans l'acier austénitique instable 301LN", Thèse de doctorat (2006). P (29).
- [20] : N. Suutala, « Effect of manganese and nitrogen on the solidification mode in austenitic stainless steels », Metallurgical Transactions A, Vol. 13A, (1982), pp. 2121-2132.
- [21] : G.V. Kurdjumov, Journal of Iron Steel Inst, (1960), 195, pp. 26-27.
- [22] : C. Liu, A. Bottger, T. De Keijser, T. Mittemeijer, Scripta Metallurgica, 24, (1990), pp. 509-514.

- [23] : K.Tsuzaki, T.Fukiage, T.Maki, I.Tamura, « The Effect of Ni Content on the Isothermal Character of Lath Martensitic Transformation in Fe-Ni Alloys », Material Science Forum, 56-58, (1990), pp.229-234.
- [24] : Dominique Ottello, technologie des métaux et alliages particulièrement en aéronautique, Thèse de doctorat. P (66).
- [25] : Guy Murry, "Aciers pour traitements thermiques : propriétés et guide de choix". P (4).
- [26] : J.P. Peyer et C. Tournier, "Choix des traitements thermiques superficiels". P (7).
- [27] : Laurent MAROT, Développement d'un nouveau système d'implantation ionique en immersion plasma et analyses des processus de nitruration de matériaux métalliques et semi-conducteurs, Thèse de doctorat (2001), pp (27, 28).
- [28] : A. G. Kahachaturyan, quoted by P. J. Gavin in The Structure of Iron-Carbide Martensite and the Kinetic of Tempering, 1969, unpublished review.
- [29] : G. R. Speich, Trans. AIME. 245 (1969) 2553.
- [30] : Y. Ohmori and S. Sugisawa, Trans. Japan Instr. Metals, 12 (1971) 170.