

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

FACULTE DE TECNOLOGIE
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



DOMAINE : SCIENCE TECNOLOGIE
DEPARTEMENT : GENIE MECANIQUE
OPTION : GENIE DES MATERIAUX

N° :

**Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique**

Présenté Par :

- SILINI Baderzamane
- ROUBACHE Mostapha

Intitulé

**Etude de traitements thermo-chimiques
Des aciers**

Soutenu devant le jury composé de :

ZEMMAMOUCHE. R	Université de M'sila	Président
BENARIOUA. Y	Université de M'sila	Rapporteur
LATRAECHE. M	Université de M'sila	Examineur
BENHAMADOUCHE. L	Université de M'sila	Examineur

Année universitaire : 2018/2019

Remerciements

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Science et technologie (ST) département de génie mécaniques dirigé par Monsieur le Professeur .BENARIOUA .Y . Je tiens à lui exprimer ma sincère gratitude et pour le soutien et les compétences qu'il m'a apportés en dirigeant ce travail.

Mes remerciements vont également à Monsieur le président jury ZEMMAMOUCHE.R, Monsieur LATRACHE.M et madame BENHAMADOUCHE .L, pour l'intérêt qu'ils portent à cette étude et pour avoir accepté de participer à ce jury.

Je souhaite exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur AOUI. B, et Monsieur KHLED.B, pour sa gentillesse et pour l'aide constante qu'il m'a apportée. Je ne saurais trouver les mots pour lui exprimer toute ma gratitude. Je suis particulièrement sensible à l'amitié sincère qu'il m'a toujours témoignée.

J'adresse mes plus vifs remerciements à la société ALGAL+.

A tous les membres de ma promotion surtout spécialité génie des matériaux. Je ne pourrais de oublier de remercier chaleureusement la Promotion sortante Génie mécanique 2018-2019.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

Mes chers parents

Mon père

Ma mère

A Toute Mes frères

Ma femme et Mes enfants

A toute ma famille silini

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

Mes chers parents

Ma mère

A Toute Mes frères

Ma femme et Mes enfants
a toute ma famille Roubache.

Résumé

L'objectif de mon travail de mémoire a d'étudier les propriétés physiques et mécaniques des surfaces nitrurées de trois types d'aciers traités H11, H13 et l'acier 42CD4. Et trois types d'aciers pour la cémentation. Ce travail traite l'étude des propriétés tant de point de vue physico-chimique que mécanique des surfaces des aciers produits de ces traitements. Le moyen de caractérisation utilisé lors de cette étude c'est: l'analyse métallographique. L'échantillon a été examiné par le microscope optique. Les résultats de cette étude ont montré que quel que soit la nuance d'acier utilisé les traitements de nitruration et cémentation produit des changements structuraux et mécaniques importants dans le matériau traité, il permet d'avoir une pièce composée de six aciers très différents : l'âme de pièce demeure un acier extra-doux permet d'absorber les déformations et les chocs, tandis que la couche superficielle est un acier très nitruré de dureté plus élevée. S'étend sur quelques millimètres de profondeur qui dépend de conditions de traitement et de la nuance de l'acier utilisé.

Mots clés

Nitruration, cémentation, traitement de surface, aciers, traitement thermique, dureté microscope optique.

ملخص

الغرض من هذه المذكرة التي تتضمن المعالجات السطحية لتحسين الأداء الميكانيكي للأسطح المعالجة من اجل مقاومة العوامل المؤثرة مثل التآكل والتعب ومستويات الصلابة والاجهادات التي تعكس آثار المعالجات الحرارية قمنا بدراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية للأسطح التبريدية و الكربونية بستته أنواع من الصلب المعالج(H11, H13, 42CD4) خاصة عملية النتردة التي تمت على مستوى شركة (ALGAL+) بعدها أظهرت هذه الدراسة ومن خلال الصور الناتجة عن المجهر الضوئي أن الطبقة الخارجية للأسطح صلبة جدا من الفولاذ العالي تمتد بضعة مليمترات إلى العمق،الذي يعتمد على ظروف التصنيع ونوع الصلب المستخدم.

الكلمات المفتاحية

النتردة .الكربنة .المعالجة السطحية .الصلب . المعالجة الحرارية . الصلابة . المجهر الضوئي.

TABLEAUX DES MATIERES

Remerciements	
Dédicaces	
Tableaux des matières	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction générale	1
Chapitre I: Aciers et traitements thermiques classiques	
I.1. Aciers	3
I.1.1. Introduction	3
I.1.2. Compositions des aciers	3
I.1.3. Influence des éléments d'addition sur les aciers	4
I.1.4. Diagramme d'équilibre fer-carbone	5
I.1.5. Les différentes phases des aciers	7
I.1.6. Différentes familles des aciers	8
I.1.7. Propriétés des aciers	9
I.2. Traitements Thermiques Classiques	10
I.2.1. Introduction	10
I.2.2. Recuits	11
I.2.1. Recuit de normalisation	11
I.2.2.2. Recuit complet	12
I.2.2.3. Recuit de coalescence	12
I.2.2.4. Recuit de recristallisation	12
I.2.2.5. Recuit de détente	12
I.2.3. Trempe	12
I.2.4. Revenu	14
Chapitre II: Traitements thermiques superficielles	
II.1. Introduction	15
II.2. Traitements thermo-chimiques	15

II.3.Cémentation	16
II.3.1. Cémentation solide	16
II.3.2. Cémentation liquide	17
II.3.3. Cémentation gazeuse	17
II.4. Nitruration	18
II.4.1. Introduction	18
II.4.2. But et principe de la nitruration	18
II.4.3. Nitruration types et utilisation	19
II.4.3. 1. La nitruration liquide	19
II.4.3.2. La nitruration gazeuse	20
II.4.3.3. La nitruration ionique	20
II.4.4. Carbonitruration en bain de sel	20
II.4.5. Formation et composition de la couche de nitrure	21
II.4.6. La couche de nitrure et ses constituants	21
II.4.7. Couches de nitrures de fer	22
II.4.8. Diagramme de phase Fe-N	22
II.4.9. Propriétés de couches de nitrures de fer	25
II.4.10. Nature des aciers nitrurés	25
II.4.11. Nature de la source de l'azote	26
Chapitre III: Matériaux, méthodes expérimentales et résultats	
III.1. Procédures expérimentales	27
III.1.1. Introduction	27
III.1. 2. Matériaux étudiés	27
III.1.3. Mode de préparation des échantillons	28
III.1.3.1. Le coupement à froid	28
III.1.3.2. Le polissage	29
III.1.4. Essai de dureté	30
III.1.5. Traitement de nitruration	31

III.1.6. Principe de nitruration	32
III.1.7. Comment se fait La nitruration gazeuse	33
III.1.8. Caractérisation	33
III.1.8.1. Analyse métallographique (microstructurale)	33
III.1.8.1.1. Préparation des échantillons	33
III.1.8.1.2. Procédure d'attaque pour métallographie optique	34
III.1.8.1.3 Microscopie optique	34
III.2. Résultats et discussions	36
III.2.1.Introduction	36
III.2.2.Informations apportées par le microscope optique	36
III.2.3.Les aciers cémentés	36
III.3.Les aciers nitrurés	38
III.3.1.Pour les aciers traités à600°C	38
Conclusion générale	41
Références bibliographies	42

Liste des figures

Figure.I.1.1.Diagramme de phase fer-carbone, permettant de visualiser les conditions d'existence des formes d'acier. [3]

Figure.I.2.cycle des traitements thermiques classiques.

Figure.I.3.Cycle thermique du Recuit complet.

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

Figure.II.1.les couches de nitruration.

Figure.II.2.Diagramme de phase Fe-N

Figure.II.3.La structure après nitrurée.

Figure.III.1 Machine de tournage.

Figure.III.2.Machine de découpage.

Figure.III.3.Machine de tronçonneuse.

Figure.III.4.Les échantillons d'aciers nitrurés.

Figure. III.5.Les échantillons d'aciers cémentés.

Figure.III.6.Machine de polissage.

Figure.III.7. Schéma de principe d'un essai de dureté Rockwell.

Figure.III.8.L'effet de pénétrateur (cône) sur les pièces.

Figure.III.9.Four de nitruration de type NACHI.

Figure.III.10.Microscopie optique de type toupview.

Figure.III.11.Acier cémenté A.

Figure.III.12.Acier cémenté B.

Figure. III.13.Acier cémenté C.

Figure.III.14.Acier nitruré D (42 CD 4).

Figure.III.15.Acier nitruré E (X40 Cr Mo V 5-1).

Figure.III.16.Acier nitruré F (X37 Cr Mo V 5).

Liste des tableaux

Tableau III.1. Compositions chimiques des aciers cémentés A, B et C.

Tableau III.2. Compositions chimiques des aciers nitrurés D, E et F.

Tableau III.3. La dureté avant la nitruration.

Tableau III.4. La dureté après la nitruration.

Introduction générale

Introduction générale

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

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

Ainsi, nos travaux se sont orientés vers l'analyse précise des transformations de phases et du rôle des éléments d'alliages. Plusieurs éléments seront étudiés au cours de cette mémoire : Le présent mémoire se découpe en trois chapitres : Le premier, le deuxième chapitre traitent respectivement et d'une façon générale les aciers, les traitements thermiques classiques notamment le recuit, la trempe et le revenu et le traitement thermochimiques en particulier la cémentation et la nitruration qui ont un rapport avec la partie expérimentale.

Les matériaux étudiés et les diverses méthodes expérimentales utilisées lors de cette étude sont décrits au troisième chapitre qui s'attache aussi à la caractérisation des structures initiales des différentes nuances traitées soit par cémentation ou nitruration. Dans ce chapitre nous avons donné les informations et les discussions nécessaires à propos des résultats. Les conclusions et les perspectives possibles à cette étude sont finalement dégagées à la fin de ce manuscrit.

Chapitre I

*Aciers et traitements
Thermiques classiques*

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

I.1.2. Compositions des aciers

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

une gamme de performances mécaniques, physico-chimiques, électriques, ... assez considérable. De plus, ces matériaux se prêtent bien aux traitements thermiques, ce qui permet encore d'en diversifier les performances [2].

1.1.3. Influence des éléments d'addition sur les aciers

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

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

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

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

I.1.4. Diagramme d'équilibre fer carbone

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

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 gamma gènes) et certains autres favorisent le cas inverse (éléments alpha gènes). Il existe deux diagrammes fer-carbone, car il existe du carbone à l'état libre (graphite), et du carbone en combinaison chimique (cémentite). Il y a donc un diagramme fer-graphite (dit diagramme stable) et un diagramme fer-cémentite (dit diagramme métastable) [4].

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

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

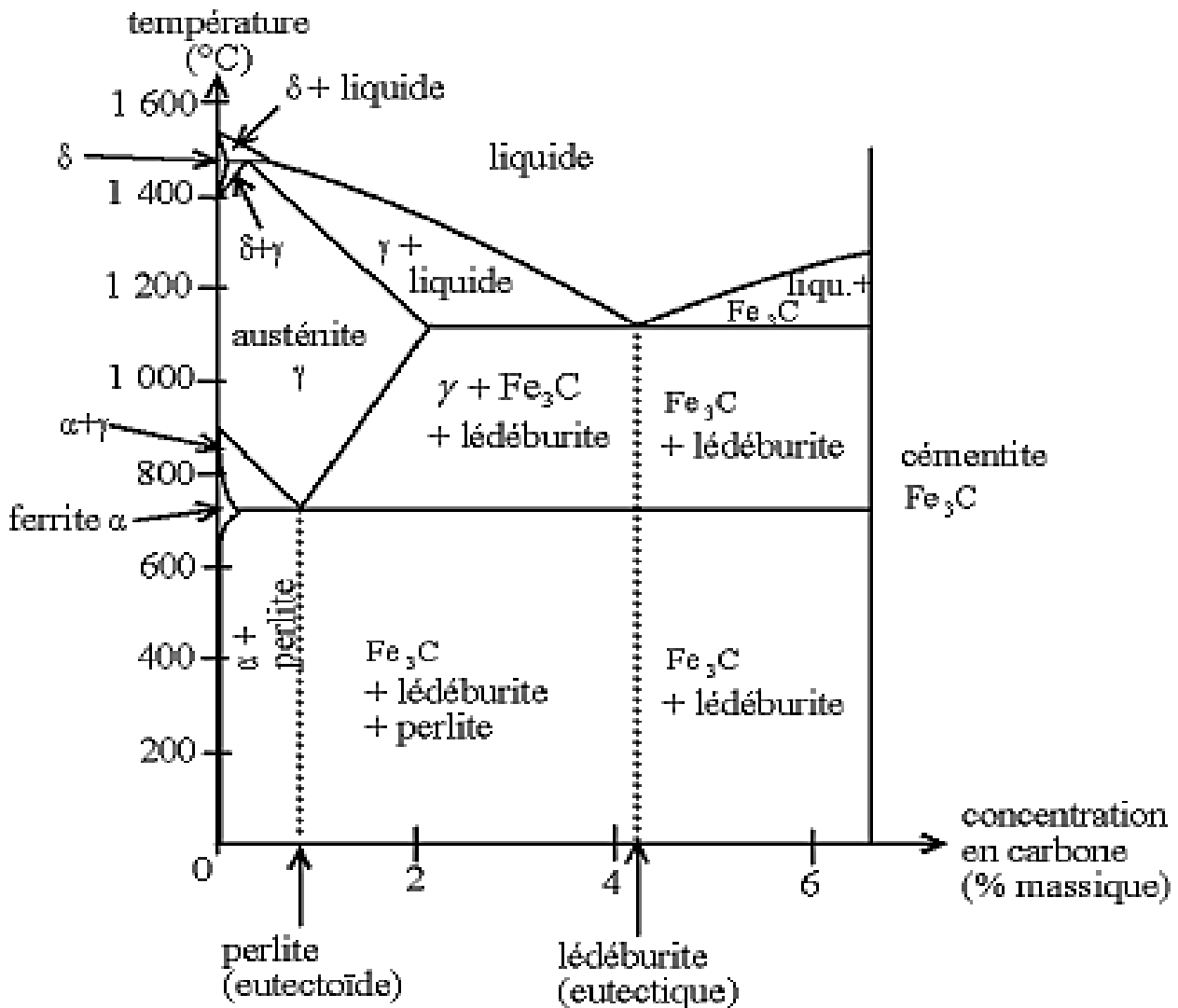


Figure.1.1. Diagramme de phase fer-carbone, permettant de visualiser les conditions d'existence des formes d'acier. [3]

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

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

Les aciers hypo eutectoïdes (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 hyper eutectoïdes (de 0,8 à 2,11 % de carbone) qui sont les plus durs, ils sont composés de perlite et de cémentite. On distingue les aciers selon leur structure cristallographique:

Les aciers ferriques, qui ont une symétrie cristalline cubique centrée (fer α);

Les Aciers austénitiques, qui ont une symétrie cristalline cubique à faces centrées (Fer γ ou austénite); les aciers martensitiques, qui contiennent des aiguilles de Carbures (martensite).

I.1.5. Les différentes phases des aciers

Voici ci-dessous les caractéristiques des constituants métallographiques des aciers du diagramme fer-carbone de la figure (I.1). La martensite, la bainite, la troostite et la sorbite ne se trouvent qu'après un traitement thermique. Une micrographie, est une représentation de ce que l'on voit d'un échantillon de matière au microscope.

La ferrite c'est une solution solide de carbone dans le fer (structure cubique centrée). C'est de fer pratiquement pur qui ne contient que de traces de carbone (0.008%) à température ambiante et la solubilité maximale est de 0.02% à 727°C. L'austénite est une solution solide de carbone dans l'allotropie γ du fer, qui est stable entre 910°C et 1394°C. Cette allotropie a une structure cristallographique cubique à faces centrées, qui permet une grande solubilité du carbone (jusqu'à 2,1% massique à 1147°C. La cémentite est un composé chimique dont la formule est Fe_3C dont la structure est orthorhombique. Elle contient 6,67% de carbone et elle peut contenir des éléments tels que le Cr. Elle apparaît en blanc après attaque au Nital sans que l'on puisse distinguer les joints de grains. La perlite c'est un agrégat formé de 89% de ferrite et 11% de cémentite qui peut avoir deux aspects lamellaire ou globulaire. On distingue une alternance de bandes claires et sombres qui ne représentent pas les constituants mais correspondent aux zones planes et inclinées de l'échantillon, provoquées par l'abrasion préférentielle causée par le polissage. A faible grossissement, les lamelles peuvent ne pas être distinctes [5].

I.1.6. Différentes familles des aciers

On classe les aciers en prenant pour critère, soit l'emploi (aciers d'usage général, aciers de construction mécanique), soit la composition chimique (aciers au carbone, aciers faiblement et fortement alliés), soit la structure notamment pour les aciers inoxydables (austénitiques, Austen-Ferri tiques, martensitiques, ferritique), soit encore les traitements thermiques (trempe, cémentation, nitruration), soit même les applications spécifiques (réfractaires, résistants à l'usure, aciers à outils pour roulements, pour ressorts) [6]. Pour la classification par l'emploi, la désignation commence par la lettre S pour les aciers d'usage général et par la lettre E pour les aciers de construction mécanique. Pour la classification par composition chimique; la désignation des aciers non alliés se compose de la lettre C suivie du pourcentage de la teneur moyenne en carbone multipliée par 100. S'il s'agit d'un acier moulé la désignation est précédée de la lettre G.

Dans les aciers faiblement alliés, aucun élément d'addition ne dépasse 5% et la teneur en carbone multipliée par 100. Suivi des symboles chimiques caractérisant les éléments d'addition par ordre de teneur décroissante. Ces symboles sont suivis par la teneur en % de chacun des éléments multipliés par un facteur dépendant de l'élément. Par contre, dans les aciers fortement alliés, un élément d'addition au moins dépasse 5%. La désignation se compose de symbole X suivi de la de la teneur en carbone multipliée par 100. Suivent des symboles chimiques caractérisant les éléments d'addition par ordre de teneur décroissante. Ces symboles sont suivis par la teneur en % de chacun des éléments. Les aciers de traitements thermiques sont définis par leur composition chimique. Celle-ci détermine le type de traitement qu'on peut leur appliquer. Les aciers de traitement thermique sont soit des aciers au carbone, soit des aciers alliés contenant en proportions variables, un ou plusieurs éléments d'addition (Cr, Ni, Mo, V,...)

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

Ferritiques [7].

I.1.7. Propriétés des aciers

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

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

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

I.2.TRAITEMENTS THERMIQUES CLASSIQUES

I.2.1.Introduction

Les traitements thermiques se définissent comme étant « l'ensemble des opérations de chauffage et de refroidissement contrôlé » appliqués à des métaux et alliages . De manière générale, les traitements thermiques agissent au niveau microstructural des métaux (matrice, précipités, distribution). Ils permettent de modifier les propriétés mécaniques (en les augmentant ou en les diminuant), les propriétés physiques (par exemple , les conductibilités thermiques et électriques) et les propriétés chimiques (par exemple ,la résistance en corrosion). Généralement, les traitements thermiques sont des opérations qui consistent à faire varier la température des métaux qui reste néanmoins à l'état solide. La variation de la température en fonction du temps est appelée cycle thermique (chauffage , maintien et refroidissement).

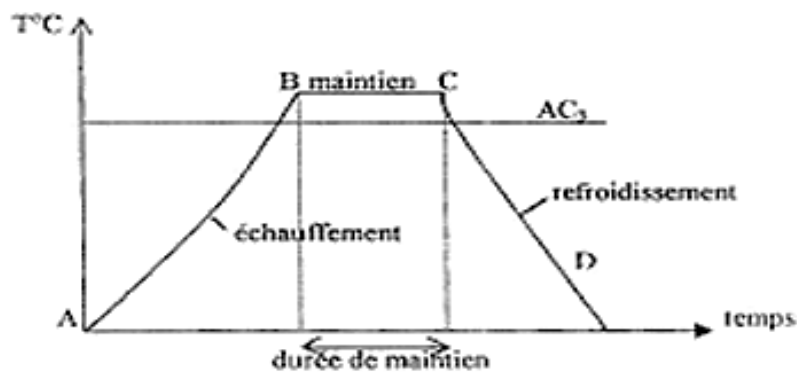


Figure.1.2.cycle des traitements thermiques classiques

Le cycle de l'un des trois traitements thermiques classiques comprend trois principales opérations. La première opération consiste le chauffage de la pièce à traiter jusqu'à la température d'austénitisation (A_3 , A_m) pour le recuit et la trempe. Dans le cas de revenu la température de chauffage n'atteint pas A_1 . Le maintien consiste à porter la pièce pour une période isotherme qui dépend en générale du volume de la pièce. Dans le cas de recuit et revenu, le refroidissement prend une vitesse très lente par contre cette vitesse est très rapide dans le cas de trempe.

1.2.2.Recuits

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

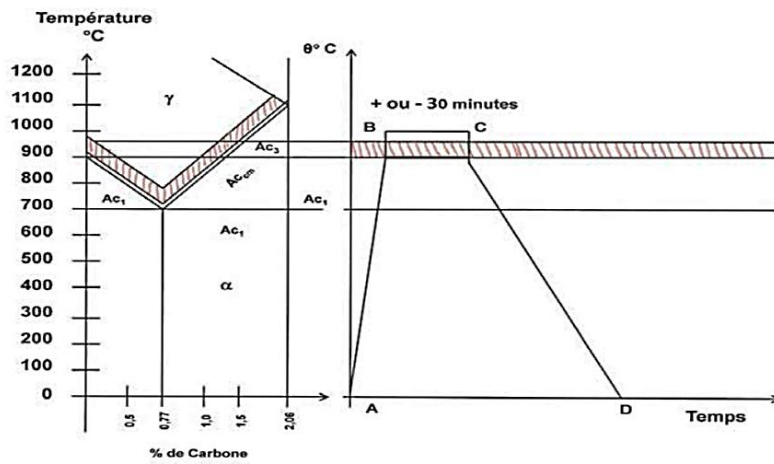


Figure.1.3.Cycle thermique du Recuit complet

1.2.2.1.Recuit de normalisation

On procède au chauffage dans le domaine austénitique (50 °C au-dessus de la température d'austénitisation, A3, et au maintien pendant environ une heure. Après quoi, on laisse l'acier refroidir à l'air. La structure obtenue est un mélange de ferrite et de perlite fine. On cherche ici à obtenir une microstructure uniforme (affinement de la taille des grains) et à améliorer les propriétés de l'acier, après une déformation à chaud.

I.2.2.2. Recuit complet

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

I.2.2.3. Recuit de coalescence

On procède au chauffage et au maintien prolongé à une température légèrement inférieure à la température de début de transformation, AC1. On cherche ainsi à obtenir une perlite globularisée, afin de rendre les aciers durs plus facilement usinables. La structure obtenue est moins dure que celle d'une perlite lamellaire.

I.2.2.4. Recuit de recristallisation

On procède au chauffage dans le domaine de ferrite (entre 500 et 700 °C) et en contrôlant le refroidissement. On applique ce traitement aux produits déformés à froid (tôles minces laminées à froid, par exemple) pour faire disparaître les structures d'écrouissage et faciliter ainsi une mise en forme ultérieure (emboutissage, pliage, etc.).

I.2.2.5. Recuit de détente

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

II.2.3. Trempe

On veille ici à ce que le refroidissement soit suffisamment rapide, afin d'éviter la transformation de l'austénite en produits d'équilibre (ferrite et perlite) et d'obtenir plutôt une transformation martensitique. La vitesse critique de trempe est la vitesse de trempe minimale qui permet d'éviter tout début de transformation perlitique ou bainitique et d'obtenir ainsi une structure entièrement martensitique. Cette vitesse critique de trempe, qui est fonction de la composition

chimique de l'acier et de son histoire antérieure (taille des grains austénitiques, conditions d'austénitisation, etc.), permet de définir la trempabilité de l'acier. La trempabilité est la capacité d'un acier de se transformer en martensite dans des conditions de refroidissement données.

Un rond d'acier ordinaire (contenant 0,60 % de C) de 100 mm de diamètre, lorsqu'il est trempé à l'eau, ne subit une transformation martensitique complète que sur quelques millimètres de profondeur, par contre, ce même rond peut être trempé à cœur s'il contient en plus des éléments d'alliage. L'acier du second rond est par conséquent plus trempe que celui du premier. La trempabilité d'un acier est déterminée par le diamètre critique. On appelle diamètre critique le diamètre d'une barre (trempe dans des conditions données), dont la structure, au centre, se compose de 50 % de martensite et de 50 % de perlite. Puisque ce diamètre est fonction de la sévérité du milieu de trempage, le diamètre critique idéal est celui qu'on obtiendrait dans un milieu de trempage de sévérité infinie. Dans un tel milieu, la surface de la pièce trempée atteindrait instantanément la température du bain de trempage, et la vitesse de refroidissement, en un point quelconque de la pièce, ne dépendrait que des propriétés thermiques du métal et non de la résistance de l'interface métal-bain de trempage à l'écoulement de la chaleur.

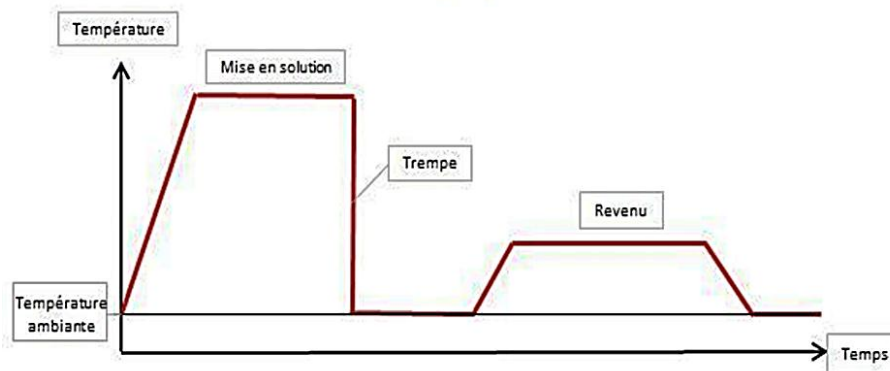


Figure.1.4.Cycle thermique de la trempe et revenu.

1.2.4.Revenue

Après la trempe, on chauffe l'acier entre 150 et 650 °C pendant environ une heure. Nous avons déjà vu que, au cours du revenu, il y avait décomposition de la martensite et retour partiel à une structure comportant les constituants d'équilibre ferrite et carbures. Si le revenu diminue les propriétés mécaniques de l'acier (limite d'élasticité, résistance et dureté), il améliore par contre sa ductilité et sa ténacité.

Toutefois, dans certains domaines de température, le revenu peut s'accompagner d'une diminution de la ténacité. Cette sensibilité à la fragilisation au cours du revenu - fragilité au bleu - se manifeste pour des températures de revenu allant de 250 à 350 °C, températures auxquelles la cémentite commence à se former; cette sensibilité est par ailleurs reliée à la présence d'impuretés (N, P ou S). Une autre forme de fragilisation au cours du revenu apparaît dans les aciers alliés entre 400 et 575 °C ; dans ce cas, ce sont des traces de Sn, Sb ou P qui entraînent, par ségrégation inter granulaire, une fragilisation des anciens joints de grains austénitiques.

Chapitre II

Traitements thermiques Superficielles

II.Traitements thermiques superficielles

II.1.Introduction

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

On distingue deux types de traitements de surface : La trempe superficielle et les traitements thermochimiques. La trempe superficielle consiste à chauffer localement la surface d'une pièce en acier jusqu'à la température d'austénitisation, à la refroidir ensuite à une vitesse suffisante pour obtenir un constituant de trempe énergétique. Le refroidissement s'effectue le plus souvent par un jet d'eau sous pression, à pour but l'obtention d'une dureté élevée en surface jointe à une ténacité et une ductilité importantes à cœur, on peut obtenir ce résultat par une modification de la zone superficielle de la pièce. Durant ce procédé, la première opération qui est le chauffage pourra être effectuée par processus d'induction ou de flamme.

II.2.Traitements thermochimiques

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

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

II.3.Cémentation

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

Généralement la profondeur maximum de pénétration est de 2 mm, donc il est exigé que les différentes opérations d'usinage doivent être réalisées avant le traitement de cémentation, c'est à dire, les pièces à cémenter sont fournies après l'usinage qui doit prévoir alors une surépaisseur de rectification de 0,05 à 0,1 mm, ou après finition.

La cémentation est appliquée aux aciers à faible teneur en carbone (0,5 à 0,02 % C) pour les grosses pièces jusqu'à 0,3 % C. Le choix de la nuance d'acier est nécessaire pour que le cœur de la pièce garde sa ductilité. Il existe trois modes essentiels de cémentation soit par agents solides contenant une concentration forte en carbone (cémentation en caisse), par gaz ou par agents liquides.

II.3.1.Cémentation solide

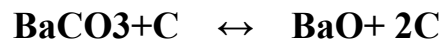
L'agent de saturation dans cette opération est un ciment solide, le plus souvent le charbon de bois. Pour accélérer la cémentation, on ajoute au charbon des activateurs dont le carbonate de baryum $BaCO_3$ et le carbonate de sodium Na_2CO_3 à raison de 10 à 40 % du poids du charbon. Le ciment solide largement utilisé se compose de charbon de bois, de 20 à 25% de $BaCO_3$ et jusqu'à 3.5% de $CaCO_3$.

Les pièces sont placées dans des caisses soudées en acier, ou plus rarement, en fonte. La température de cémentation varie de 900 à 940 °C. Après cémentation, les caisses ne sont ouvertes qu'après leur refroidissement à l'air jusqu'à 400 ou 500°C. Le carbone atomique est

obtenu de la manière suivante :



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



II.3.2. Cémentation liquide

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

II.3.3. Cémentation gazeuse

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



Au cours de la cémentation, il peut y avoir dans la partie superficielle de la couche enrichie, une oxydation des éléments manganèse, chrome et silicium présents dans l'acier. Par suite de la diminution de la trempabilité qui en résulte, il peut y avoir au cours de la trempe formation de constituants autres que

la martensite qui auront pour effet d'abaisser notablement la résistance à la fatigue.

II.4.Nitruration

II.4.1.Introduction

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

La nitruration est un processus thermochimique par lequel la surface d'un métal ferreux est enrichie au nitrogène dans le but d'améliorer la résistance à l'usure des composants. Lors de la carbonitruration, non seulement le nitrogène, mais aussi des petites quantités de carbone sont impliquées dans le processus. Le résultat obtenu est une couche nitrurée constituée par la couche de combinaison ou couche blanche et la couche de diffusion, se trouvant juste au-dessous de la couche décombinaison. Le processus de nitruration et carbonitruration utilisant du gaz ou un bain de sel a été développé en Allemagne et aux Etats-Unis au début du 20ème siècle. Le développement de la nitruration par bombardement ionique a commencé dans les années 30, mais n'a été commercialisé qu'au début des années Toutes ces trois méthodes de nitruration comportent des avantages et le choix d'une méthode en particulier va dépendre de l'application spécifique du composant nitruré. La nitruration produit un revêtement dur résistant à l'usure sur les aciers au carbone et aciers faiblement alliés, ainsi que la fonte. De plus, la résistance à la fatigue se trouve nettement améliorée et l'oxydation de la surface nitrurée améliore la résistance à la corrosion[14].

II.4.2.But et principe de la nitruration

La nitruration est un traitement thermochimique de durcissement superficiel d'aciers utilisé pour produire un composé. Il en résulte un véritable matériau composite dont la structure macroscopiquement hétérogène présente une âme résiliente et une zone superficielle de dureté moyennement élevé avec augmentation simultanée de la résistance à la corrosion, à l'usure, à l'abrasion et à la fatigue. La nitruration est une opération chimique qui consiste à faire absorber du carbone par des pièces en acier doux. Il suffit pour cela de chauffer la pièce à traiter à une température suffisante, nécessaire à la formation de la structure austénitique et favorise la diffusion du carbone, en présence d'une source riche d'azote. La couche superficielle absorbe l'azote et se

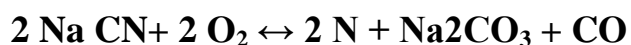
transforme en acier très nitruré dans la zone superficielle. Par refroidissement, la structure de cet acier passe de son état initial à une structure contenant des nitrures de fer durs et cassants. Après la trempe, les pièces subissent un revenu, qui a pour but de diminuer les effets de la trempe en augmentant la résilience et la ténacité et d'abaisser la fragilité et la dureté de la couche cémentée [15].

II.4.3. Nitruration types et utilisation

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

II.4.3. 1. La nitruration liquide

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



II.4.3.2.La nitruration gazeuse

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

II.4.3.3.La nitruration ionique

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

II.4.4.Carbonitruration en bain de sel

La nitrocarburation en bain de sel a lieu dans des fours à creuset chauffés au gaz ou à l'électricité. Le matériau de prédilection pour le creuset est le titane. Après un préchauffage à 350°C, les composants sont immergés dans le bain de sel, soit en suspension ou reposant dans des rampes de chargement, soit en vrac dans des paniers d'acier inoxydable ou d'Inconel. Le bain de sel est constitué de cyanate alcalin et de carbonate alcalin. Par l'oxydation et la réaction thermique avec la surface du composant immergé, à température de nitruration, le cyanate alcalin dégage du nitrogène et du carbone qui se diffusent dans la surface du composant. Une nitruration pure n'est pas possible dans le bain de sel, car il y aura toujours des petites quantités de carbone qui se diffuseront dans la surface. Les paramètres de processus habituels sont de 90 min à 580°C. L'agent de libération actif du nitrogène du bain de sel est le cyanate alcalin. Par le biais de la réaction des ions de cyanate, la quantité de carbonate alcalin dans le bain augmente. En ajoutant un polymère organique, le contenu optimal de cyanate du bain est de nouveau à niveau. Après la carbonitruration, une trempe dans un bain de sel oxydant (380-420°C) produit un oxyde de fer noir (Fe₃O₄) sur la surface.

Il remplit les pores de la couche de combinaison et agit comme une protection supplémentaire contre la corrosion. Après un refroidissement à température ambiante, les composants peuvent être polis, puis oxydés selon l'application. En raison d'un apport élevé en azote, la carbonituration en bain de sel produit une couche de combinaison avec des nitrures et carbone- nitrures ayant perdu ses propriétés métalliques. Les couches cémentées nitrocarburées sont particulièrement résistantes à l'usure abrasive, traces de frottement, friction de glissement et corrosion. La surface poreuse peut retenir les lubrifiants, ce qui améliore les propriétés de marche des arbres à cames par exemple. La carbonituration en bain de sel est un processus rapide, flexible et économique. Les applications typiques sont les pièces utilisées dans l'industrie automobile telles que les tiges de piston, les vilebrequins et les arbres à cames, les soupapes et les engrenages. De plus, les composants nitrocarburés sont utilisés dans l'industrie aéronautique et off-shore ainsi que dans le génie mécanique [18].

II.4.5. Formation et composition de la couche de nitrure

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

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

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

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

II.4.6. La couche de nitrure et ses constituants

La couche comporte une zone: de combinaison de quelques microns où l'azote est combinée sous forme de nitrures de fer qui renforcent la résistance à l'usure. Possibilité de créer une couche poreuse en extrême surface pour accroître les performances et une de diffusion de 0,1 à 1 mm selon la nuance d'acier et le temps de traitement apportant une bonne résistance à la fatigue et à l'usure, Figure(II.1) les couches de nitruration. Le traitement de nitruration présente certains avantages comme la diminution de masse minimale et faible distorsion, dureté superficielle élevée, pilotage de la couche superficielle par contrôle du processus au moyen d'un capteur d'hydrogène, amélioration de la résistance à la corrosion principalement par post- oxydation des pièces et résistance de la couche nitrurée à des températures allant jusqu'à environ 500[16].

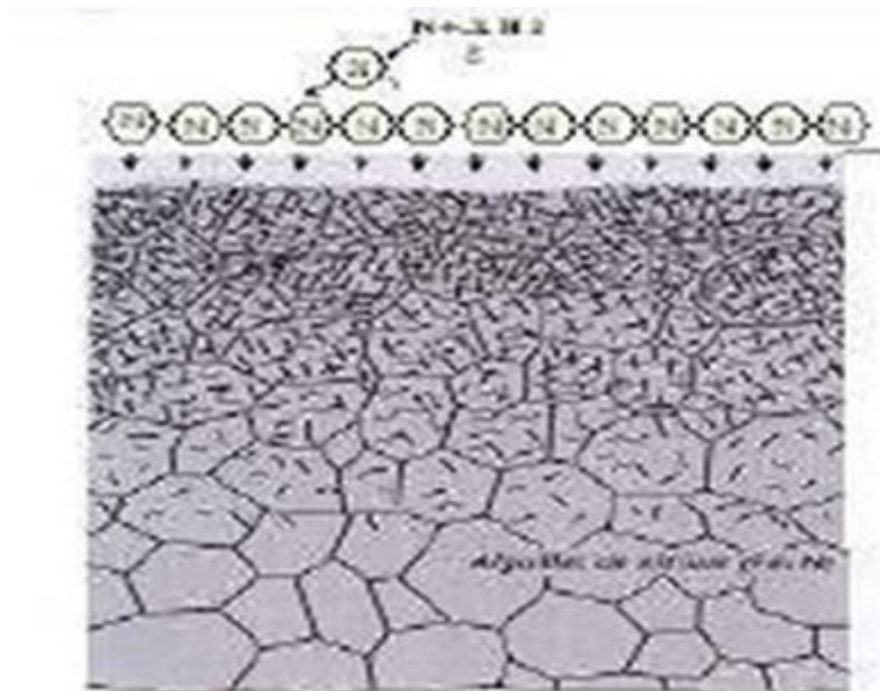


Figure.II.1.les couches de nitruration

II.4.7. Couches de nitrures de fer

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

II.4.8. Diagramme de phase Fe-N

D'après le diagramme des phases ci-dessous (fig. II.2) nous voyons qu'il existe trois domaines monophasés: Une solution d'azote dans le fer à Le nitrure Fe₄N -Le nitrure e Fe₂-3N. Etant donné le taux d'azote décroissant de la surface vers le cœur de la pièce, on obtiendra en partant de la surface les différentes couches suivantes Le nitrure.- Un mélange nitrure / nitrure. -Un mélange solution solide a dans le fer nitrure Une solution solide a d'azote dans le fer nitrure. Les aciers utilisés en nitruration peuvent être trempés et revenus ce qui donne de meilleurs résultats en nitruration dû à une structure scorbutique avant traitement.

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

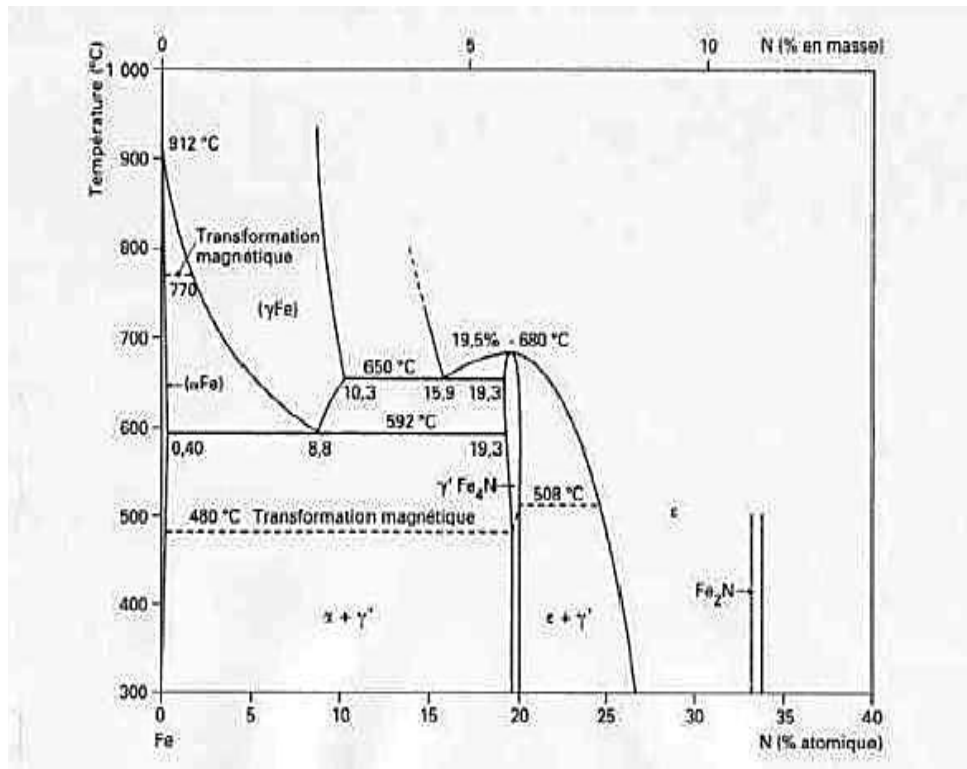


Figure.II.2.Diagramme de phase Fe-N

Au cours du traitement de nitruration plusieurs paramètres peuvent figurer et jouent des rôles important sur revêtement parmi lesquels, la température si la température est trop basse d'inférieur à 500°C la dissociation de l'ammoniaque sera trop faible si la température est supérieur à 500°C la dissociation de l'ammoniaque devient trop rapide et l'azote naissant résultant de la décomposition de l'ammoniaque se recombine très rapidement sous forme de N₂ inerte. C'est pourquoi il est nécessaire de mesurer et de réguler le taux de dissociation du gaz d'ammoniaque en gaz d'azote et d'hydrogène.

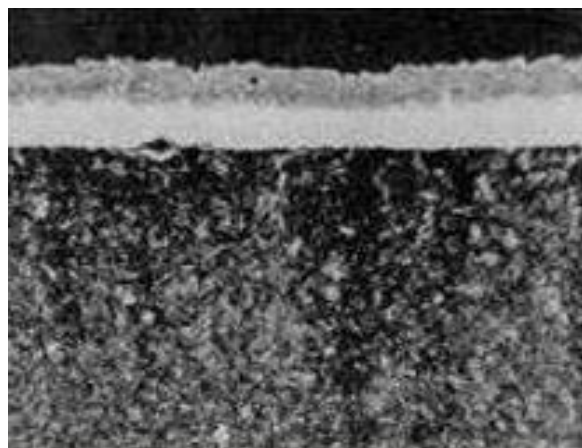


Figure.II.3.La structure après nitruration

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

II.4.9. Propriétés de couches de nitrures de fer

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

II.4.10. Nature des aciers nitrurés

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

II.4.11. Nature de la source de l'azote

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

Chapitre III

Matériaux, méthodes Expérimentales et résultats

III.1.Procédures expérimentales

III.1.1.Introduction

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

III.1.2.Matériaux étudiés

On utilise dans ce mémoire plusieurs types d'aciers regroupés selon deux traitements thermochimiques de cémentation et de nitruration. Pour le premier type de matériaux, ceux sont trois types d'acier de cémentation faiblement alliés. Ces aciers sont destinés à la cémentation gazeuse dont la procédure de traitement est effectuée à l'étranger. Ces aciers désignés par A, B et C dont leurs compositions chimiques sont indiquées dans le tableau (III.1).

Les trois types d'aciers utilisés lors de cette étude pour un traitement de nitruration gazeuse locale sont désignés par les symboles D, E et F. Le tableau (III.2) récapitule la composition chimique de ces trois aciers.

Tableau III.1.Compositions chimiques des aciers cémentés.

Elément (%)	Mo	v	Fe	Ni	Cu	Co	M n	Cr
A	0,93	0,28	94,98	0,09	0,10	0,15	0,47	2,93
B	0,003	0	99,58	0	0,042	0,102	0,17	0,044
C	0,19	0	97,70	0,40	0,16	0,11	0,81	0 ,55

Tableau III.2. Compositions chimiques des aciers nitrurés.

Elément (%)	C	Mo	W	Cu	Ni	Co	Fe	Mn	Cr	V
D(42CD4)	0,42	0,20	0,04	0,10	0,28	97,43	0,83	1,07	0,20	0,01
E (H-13)	0,40	1,32	0,07	0,04	0,13	0,17	91,79	0,42	5,02	0,96
F (H-11)	0,37	1,21	0,07	0,20	0,22	0,19	92,14	0,34	5,17	0,34

E : (H-13) : X40 Cr Mo V 5-1.

F : (H-11) : X37 Cr Mo V5.

Généralement, les aciers choisis pour cette étude, possèdent d'excellentes propriétés, ils ont bonne résistance aux chocs, bonne résilience à basse température, aptitude au polissage et une usinabilité excellente, 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. Ces aciers sont utilisés largement: comme roues couronnes, pignons, arbres vilebrequins, roues dentées, arbres de réducteurs, broches, pièces automobiles et engrenages fortement sollicités ayant une ténacité élevée.

III.1.3. Mode de préparation des échantillons

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

III.1.3.1. Le coupement à froid

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

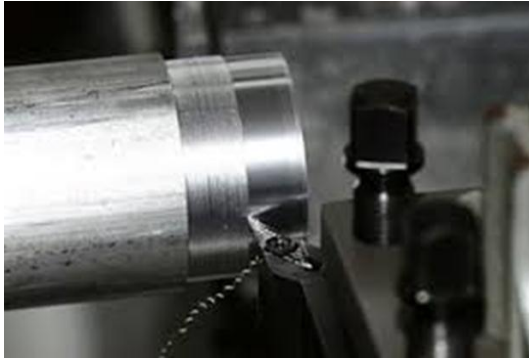


Figure.III.1.Machine de tournage.



Figure.III.2.Machine de découpage.

La tronçonneuse indiquée dans la figure (III.3) est utilisée pour découper des échantillons de faibles dimensions. Les échantillons d'aciers traités soit par cémentation ou par nitruration et qui sont présentés dans la figure (III.4 et III.5) sont obtenus par découpe à l'aide de cet appareil.



Figure.III.3.Machine de tronçonnage.



FigureIII.4.Les échantillons d'aciers nitrurés.



Figure.III.5.Les échantillons d'aciers cémentés.

III.1.3.2. Le 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 non-représentative du matériau (couches d'oxydes ou écrouissage provenant de la découpe...).



Figure.III.6.Machine de polissage

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

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

abrasifs et de drap afin d'éviter que des particules de grand diamètre ne polluent le stade de polissage à plus faibles granulométrie.

III.1.4.Essai de dureté

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



Figure.III.7. Schéma de principe d'un essai de dureté Rockwell

On mesure alors à l'aide d'un comparateur l'accroissement h de la profondeur de pénétration, entre le début et la fin de l'essai sous pré charge F_0 . La dureté Rockwell, noter HRC dans la figure (III.7), se réalise avec un cône de diamant d'angle de 120° et un arrondi de $0,2\text{mm}$. La charge à appliquer est de 150N .



Figure.III.8.L'effet de pénétrateur (cône) sur les pièces

Tableau III.3.La dureté tous les échantillons avant les traitements de nitruration. (ALGAL+).

Matériaux	42CD4			H-13			H-11		
Dureté (HRC),	33	34	33	44	45	45	39	38	38

III.1.5.Traitement de nitruration

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

Le traitement de nitruration est effectué dans un four industriel de nitruration de type NACHI. Les paramètres, la capacité et caractéristiques techniques de four ont été indiqué ci-dessous : Température de service : 550 à 580°C, Maxi. 600°C. La capacité de traitement Maxi. 240 kg, Temps nécessaire pour Environ 3 heures jusqu'à augmenter la température 560°C (pour le four à vide). Dimensions intérieures: Di. 500 mm du four De750 mm Chauffage Electricité, alimentation 200 V triphasé 50 Hz.

Pour le four il est nécessaire d'effectuer la vérification et le réglage avant de procéder à la marche : Nettoyer soigneusement l'intérieur du four et s'assurer qu'il n'y existe pas de corps étrangers. Régler les instruments suivants à leurs valeurs de consigne Vérifier la marche du ventilateur pour assure la propagation de la chaleur.



Figure.III.9.Four de nitruration de type NACHI

III.1.6.Principe de nitruration

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

III.1.7.Comment se fait La nitruration gazeuse

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

III.1.8.Caractérisation

Après avoir traité par la nitruration gazeuse dans un four de traitement, les aciers traités par cémentation et par nitruration comme indique la figure ci –dessous ont subi par la suite un découpage à l'aide d'une tronçonneuse et ceci pour préparer des échantillons qui doivent destinés à l'étape de caractérisation et de l'analyse. Les nomenclatures des échantillons (A, B, C) pour la cémentation et (D, E, F) pour la nitruration.

Tableau III.4.La dureté tous les échantillons après les traitements de nitruration. (ALGAL+).

Matériaux	42CD4			H-13			H-11		
Dureté (HRC)	37	36	37	49	50	48	43	43	45

III.1.8.1.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.1.8.1.1.Préparation des échantillons

La préparation des éprouvettes destinées à l'étude microscopique est divisée en plusieurs étapes : le coupage 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 cité précédemment en passant vers des grains de plus en plus fins 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.1.8.1.2. 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 (HNO₃ (4%) + alcool éthylique), comme réactif. La durée de l'attaque est de 2 à 3 secondes.

III.1.8.1.3. 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 (Toupview) figure (III.10) qui permet l'observation des échantillons, avec un grossissement qui varie de 5 à 1000. Les micrographies ont été acquises numériquement à l'aide d'une caméra CDD.



Figure.III.10.Microscopie optique de type toupview

III.2.Résultats et discussions

III.2.1.Introduction

Dans ce chapitre, seront présentés les résultats obtenus lors du traitement de cémentation et de nitruration nous allons présenter l'interprétation correspondant aux résultats investigués. Dans un premier temps, nous présentons et discuterons les résultats apportés par l'analyse métallographique.

III.2.2.Informations apportées par le microscope optique

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

III.2.3.Les aciers cémentés

En coupe transverse, sur les trois types d'aciers cémenté à 930°C pendant 2heures, la micrographie de la figure (III.11), montre la formation d'une zone superficielle avec des concentrations en carbone très élevés à cause de processus d'enrichissement et de diffusion qui transfert 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. Les micrographies optiques, obtenues sous un grossissement de (x100) figure (III-12), de trois types d'aciers A, B et C cémentés montrent que, l'épaisseur des couches composées sur l'échantillon cémenté, mesuré sur l'écran du microscope optique, s'est trouvé augmenter avec la nature de l'acier. L'épaisseur est également plus élevée pour le premier type d'échantillon A. La profondeur mesurée pour ce type d'acier est de 0.74 mm alors que les épaisseurs de la couche cémentée correspondant aux deux types d'acier B et C sont respectivement 0.68 et 0.64mm. Nous pouvons dire que l'épaisseur de la couche de cémentation est liée principalement à la composition chimique des trois aciers. Le traitement de cémentation utilisé pour les trois aciers est identique. Les paramètres de cémentation utilisés comme temps et température sont 2 heures et 900°C

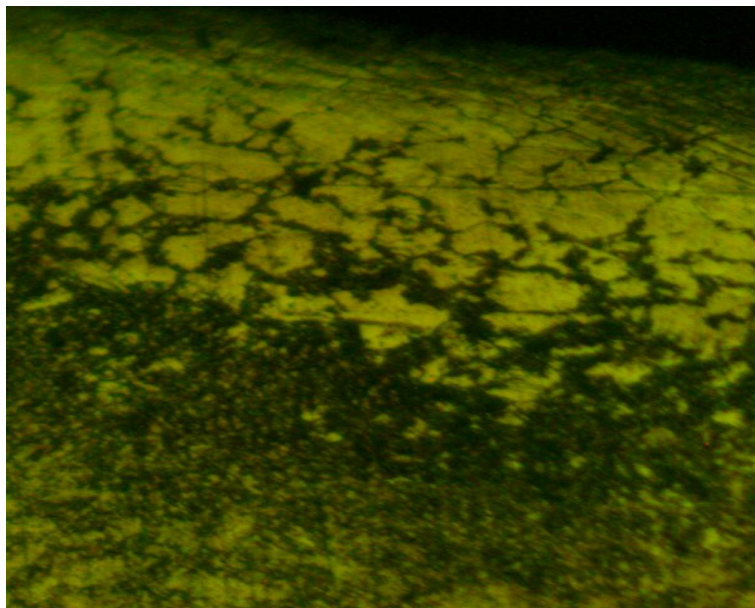


Figure.III.11.Acier cimenté A (x100).

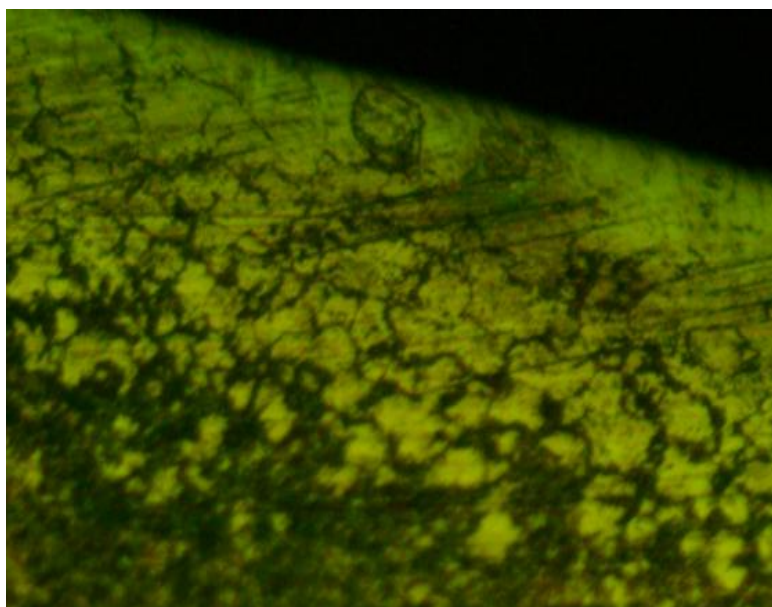


Figure.III.12.Acier cimenté B (x100).

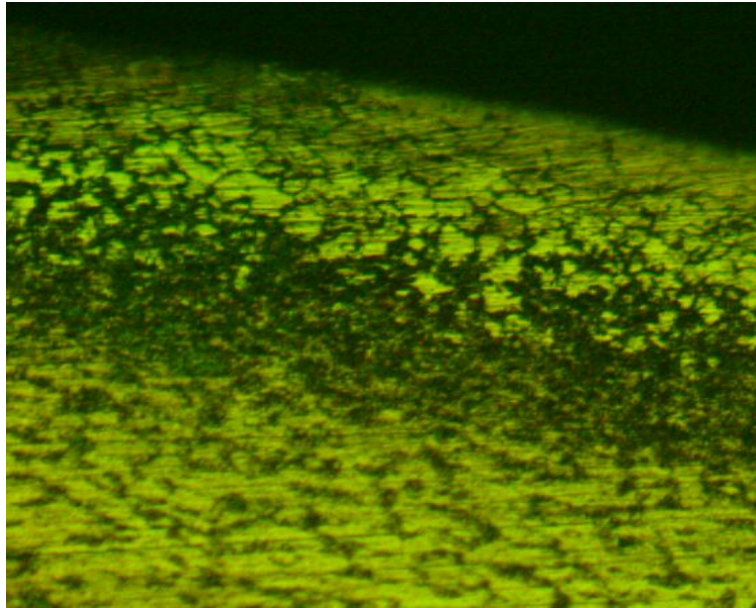


Figure.III.13.Acier cémenté C (x100).

III.3.Les aciers nitrurés

III.3.1.Pour les aciers traités à 600°C

La micrographie de la figure (III.14 et III.16) montre la formation d'une zone superficielle avec des concentrations en azote très élevés à cause de processus d'enrichissement et de diffusion qui transfère l'azote à la surface de la pièce. Puis une zone contient de l'azote à cause de processus de diffusion de l'azote de la surface vers les couches intérieures, qui se trouve avec des concentrations diminuées à mesure que la distance entre l'extrémité et le noyau décroît, c'est la zone de diffusion. Enfin une zone qui représente le substrat où il n'y a pas de diffusion.

Les micrographies optiques, obtenues sous le même grossissement correspondent aux aciers fortement alliés X40 Cr MoV5-1 et X37 Cr MoV5 et 42 CD4 figure (III.14), figure (III.15) et figure (III.16) nitrurés à 600°C montrent que, l'épaisseur des couches composées sur les échantillons nitrurés, mesurée sur l'écran du microscope optique, s'est trouvée augmenter.

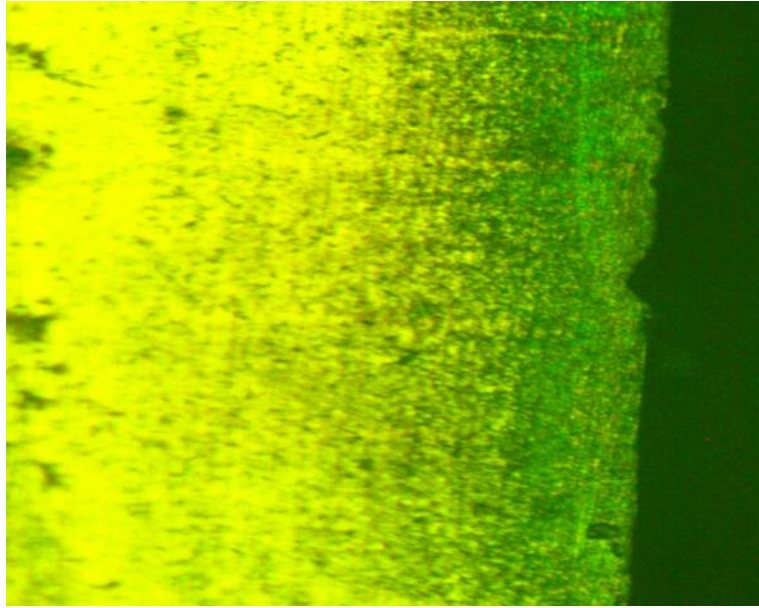


Figure.III.14.Acier nitruré D (42 CD 4), x100.



Figure.III.15.Acier nitruré E (X40 Cr Mo V 5-1) ; x100.

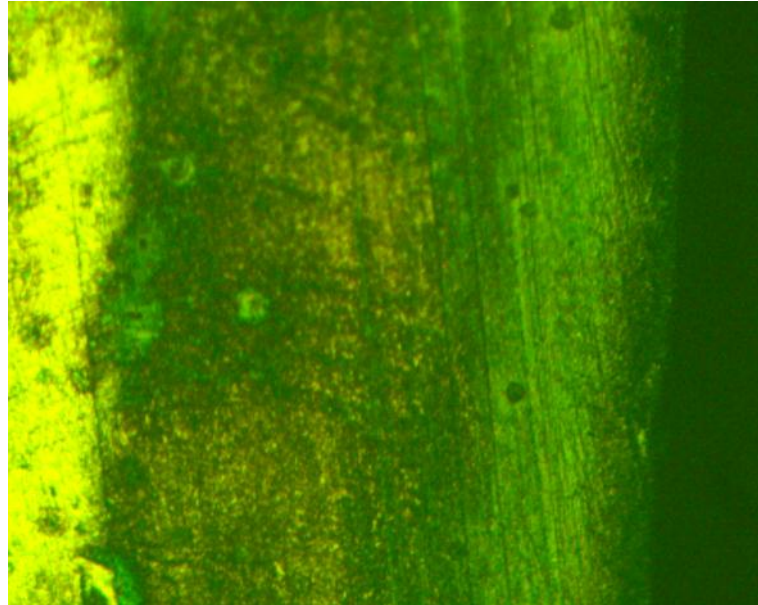


Figure.III.16.Acier nitruré F (X37 Cr Mo V 5) ; x100.

La nitruration de quatre types d'aciers a été effectuée sous les mêmes paramètres et la même condition, l'épaisseur de la zone de nitruration qui est apparue clairement élevée pour les aciers fortement alliés par rapport aux premiers types d'acier dépend principalement de la nature de l'acier. La modification a lieu sous la composition chimique des aciers à traiter par nitruration qui est considéré comme paramètre en assurant la formation tout d'abord la formation de l'azote par la décomposition du gaz ou de la source de l'azote. Ce phénomène peut résulter à température et pour un temps de traitement sous atmosphère de gaz riche en azote. On observe clairement la couche de combinaison de la couche de nitrure de fer. Quand la température de traitement prend des valeurs moyennes c à d de 500°C, la diffusion de l'azote est subie un ralentissement par rapport au premier cas de température et la couche de combinaison prend une épaisseur moyenne et ceci est clairement figuré sur la figure (III.15 et III.16). Pour les aciers traités à base faible élément d'alliage, la couche de combinaison est absente, il est apparu seulement que la faible quantité de l'azote est introduit dans les aciers en formant des solutions interstitielles.

Conclusion générale

Conclusion générale

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

la cémentation et la nitruration ceux sont deux moyens de durcissement superficiel permettant d'assurer une forte mise en précontrainte de compression de la surface et une bonne résistance à l'usure grâce à l'obtention d'une couche à haute teneur en soit en carbone ou en azote, Le Matériau à l'état avant traitement par nitruration, présente des caractéristiques de base généralement équilibré pour lui conférer une bonne résistance mécanique (la dureté). Bien souvent on recourt aux traitements thermochimiques pour améliorer les caractéristiques mécaniques du matériau considéré.

Références

Références

- [1] S.Jégou. Influence des éléments d'alliage d'aciers nitrurés. Thèse, Ensimag-en-Provence, (2009).
- [2] J.N. Loquet, Caractérisation métallurgiques et mécaniques de couches Nitrurées, relation microstructure comportement - Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (1998).
- [3] G.Fallot. Role d'acier lors de la nitruration d'acier de construction Et influence sur les propriétés mécaniques - Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (2015).
- [4] J.Barralis, L.Castex, J.-C.Chaize. Influence des conditions de traitement Sur la distribution de phases et des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées-Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, 43(6), 629-642, (1986).
- [5] L.Barrallier. Genèse des contraintes résiduelles de nitruration. Etude expérimentale et simulation- Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (1992).
- [6] Ségou, L. Bar rallié, R. Keebler, M.AMJ Somers-Evolution of residual Stress in the diffusion zone of model Fe-Cr -Alloy during nitriding. HTM Journal of Heat Treatment and Materials: Vol.66, No.3, pp.135-142(2010).
- [7] C.Ginter. Influence des éléments d'addition sur l'enrichissement d'azote et le durcissement d'aciers nitrurés-Thèse Université de Nancy, (2006).
- [8] E. O rowan. Discussion in the symposium on inter master sees in metals and alloys.- Volume3,(1948).
- [9] P.Guyot.Hardening by ordered coherent precipitates related to the statistical theory-Phil.Mag., vol.24, pages 987-993,(1971).
- [10] M.F. Ashby, R. E bellings. On the Determination of the Number, Size, Spacing, and Volume Fraction of Spherical Second-Phase Particles from Extraction Replicas-Trans.of the Metallurgical Society of AIME, vol.236, pages 1396-1404,(1966).
- [11] Tabor, The Hardness of Metals- Oxford, Oxford University Press (1951).
- [12] L.Barrallier, J.Barralis. On origin of residual stress generated by nitriding treatment on alloy steels - Proc. 4th Int. Conf. Residual Stress, Baltimore, MD, SEM Publishing, 498-505
- [13] : Les différentes phases de l'acier, Document internet. 2007.
- [14] : Diagramme Fe-C et ses constituants métallographiques, Document internet.2007.
- [15] : Les alliages- fiche technique, Document internet. 2007. <http://www.precimetal.be>
- [16] : Benjamin MARTIN, Résumé de cours « Matériaux », pp (11,12).
- [17] : Le revenu, Document internet. 2008.<http://cf.geocities.com/mbara2/revenu.htm>

- [18] : Quelques traitements thermiques, Document internet.2007.
- [19] : Harterei Gster, traitements thermiques "la trempe superficielle", page(4).
- [20] : Dr. Gilles Olive, "Chimie des matériaux" 3^{ème} Edition (2005), P(47,48).
- [21] Thèse de magister Maza Samira 2009 Département de physique université de m'silla.
- [22] [http://fr.wikipedia.org/wiki/Phase_\(matière\)](http://fr.wikipedia.org/wiki/Phase_(matière)).
- [23] : La cementation, Document internet.2008.
- [24] : R. Fayolle, B. Courtois et R. Rottier, ateliers de traitement
- [25] : Treatment thermique. Document internet.2007.
- [26] : Mohamed Réda Berrahmoune, "Transformation martensitique et rupture différée dans l'acier austénitique instable 301LN", Thèse de doctorat (2006).P
- [27] : Dominique Othello, technologie des métaux et alliages particulièrement en aéronautique, Thèse de doctorat. P (66).
- [28] : Guy Murray, "Aciers pour traitements thermiques : propriétés et guide de choix".