

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



FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

DOMAINE : SCIENCE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT : GENIE MECANIQUE

OPTION : GENIE DES MATERIAUX

N° :

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

Par : - Abdelkader DAOUD
- Moussa HAROUZ

Intitulé

**Etude comparative d'un traitement
thermochimique des aciers**

Encadré par :

Pr. Younes BENARIOUA

Année universitaire : 2019/2020

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu, le tout puissant, qui nous a donné la force et la foi pour accomplir ce modeste travail ;

Nous tenons à adresser nos profonds remerciements à notre directeur de recherche, Dr. Younes BENARIOUA, pour ses précieux conseils, ses orientations, son aide, son soutien, et sa confiance en nous ;

Nos remerciements vont également aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.

Merci à tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à l'élaboration de ce modeste mémoire.

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS	
TABLE DES MATIERES	
INTRODUCTION	01
CHAPITRE I: GENERALITES SUR LES TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS	03
I.1. Généralités sur les aciers	04
I.1.1. Compositions des aciers	04
I.1.2. Influence des éléments d'addition sur les aciers	05
I.1.3. Les différentes phases des aciers	06
I.1.4. Différentes familles des aciers	06
I.1.5. Propriétés des aciers	07
I.2. Traitements thermique des aciers	08
I.2.1. Recuit	09
I.2.2. Trempe	10
I.2.3. Revenu	11
CHAPITRE II : TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES DES ACIERS	14
II.1. Introduction	15
II.2. Types de traitement thermochimique	15
II.2.1. Cémentation	15
II.2.1. 1. But et principe de la cémentation	17
II.2.1. 2. Principaux domaines d'application	17
II.2.1. 3. Types de cémentation	17
II.2.2. Nitruration	19
II.2.2.1. But et principe de la nitruration	20
II.2.2.2. Types et utilisation de la nitruration	21
II.2.3. Carbonituration en bain de sel	22
II. 2.3.1. Formation et composition de la couche de nitrure	23
II. 2.3.2. La couche de nitrure et ses constituants	24
II. 2.3.3. Couches de nitrure de fer	25
II. 2.3.4. Diagramme de phase Fe-N	24

II. 2.3.5. Propriétés de couches de nitrure de fer	27
II. 2.3.6. Nature des aciers nitrurés	27
II. 2.3.7. Nature de la source de l'azote	27
II. 2.4. La nitrocarburation	28
II. 2.5. La carbonituration	29
CHAPITRE III : Matériaux et méthode expérimentale	30
III.1. Présentation et historique de l'Entreprise ALGAL+	31
III.2. Procédures expérimentales	32
III.2.1. Matériaux étudiés	32
III.2.2. Mode de préparation des échantillons	32
III.2.2.1. Le coupement à froid	32
III.2.2.2. Le polissage	34
III.2.2.3. Traitement de nitruration	35
III.3. Caractérisation	37
III.3.1. Analyse métallographique (microstructurale)	37
III.3.2. Préparation des échantillons	37
III.3.3. Procédure d'attaque pour métallographie optique	38
III.3.4. Microscopie optique	38
III.4. Résultats et discussions	39
III.4.1. Nitrures de fer	39
III.4.2. Couches de nitrure de fer	42
III.4.3. Mécanisme de formation des couches de nitrure de fer	43
III.4.4. Structure et morphologie de fer	43
III.4.5. Dureté	46
CONCLUSION	49
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	51

INTRODUCTION

Introduction

Le durcissement superficiel des matériaux métalliques peut être obtenu par une diversité de procédés mécaniques, thermiques, physico-chimiques ou thermochimiques. Les buts essentiels sont principalement d'améliorer de la résistance à l'usure et à l'oxydation à basse ou à haute température.

Parmi les différents traitements thermochimiques, la nitruration tend actuellement à remplacer les procédés les plus couramment utilisés comme la cémentation. Cette technique présente certains avantages par rapport aux deux précédentes. Elle offre un traitement efficace pour les outils contre l'usure et la corrosion.

De manière générale, le traitement de nitruration consiste à plonger les pièces dans un milieu susceptible de céder de l'azote à leur surface, à une température propice à la diffusion des atomes vers le cœur des pièces. Plusieurs études portent sur la cinétique de diffusion de l'azote dans la ferrite, sur la formation de nitrures dans les zones de combinaison et de diffusion.

L'objet de cette étude est d'obtenir et de caractériser, tant du point de vue microstructural que mécanique, les couches obtenues à partir de la nitruration des différents aciers par traitement de nitruration en utilisant différents paramètres technologiques tel que la température, le temps de maintien et la pression du gaz utilisé. Pour ce travail et en vue d'améliorer le comportement mécanique des échantillons. Pour ceci, le travail de cette étude est agencé en trois chapitres

Le premier chapitre s'articule autour des généralités sur l'historique et les types des traitements thermiques appliqués sur les aciers. Le deuxième chapitre est une bibliographie générale sur le traitement thermochimique. Pour le troisième chapitre, il sera réservé à la phase pratique de notre travail dans laquelle nous allons appliquer un traitement basé sur la nitruration sur les matériaux choisis. Le manuscrit de cette étude est terminé par une conclusion générale et liste de références bibliographiques.

CHAPITRE I :

GENERALITES SUR LES

TRAITEMENTS THERMIQUES DES

ACIERS

I.1. Généralités sur les aciers

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.1.1. 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

1.1.2. Influence des éléments d'addition sur les aciers

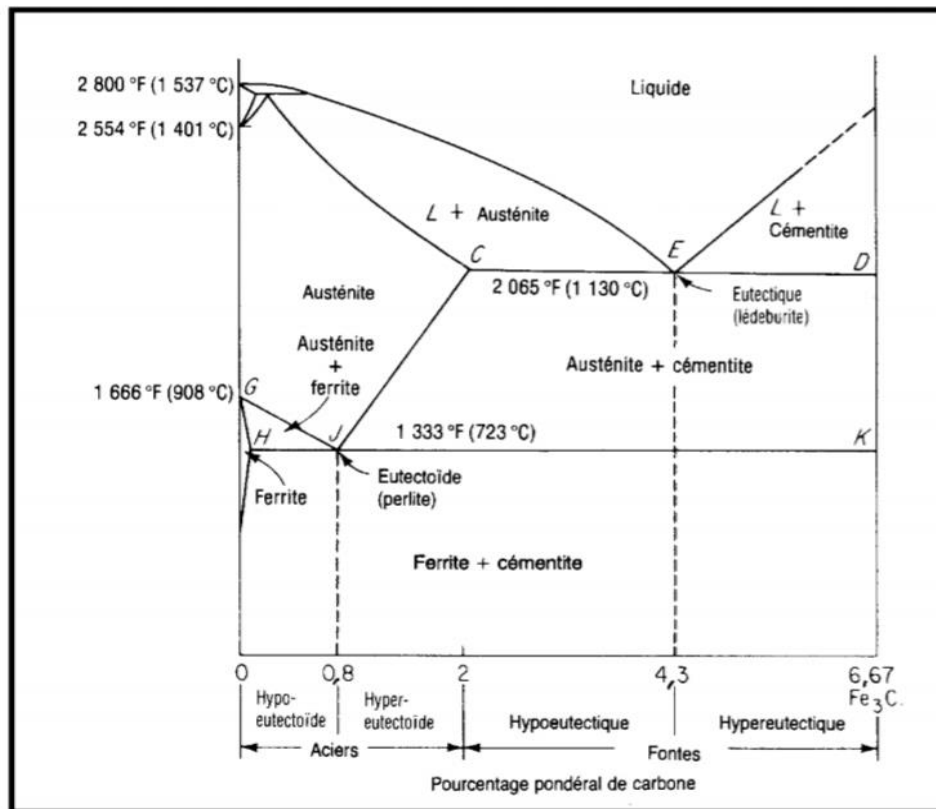


Figure.1.1. Diagramme de phase fer-carbone, permettant de visualiser les conditions d'existence des formes d'acier.

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.1.3. 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 tel que le Cr. Elle apparaît en blanc après attaque au Nital sans que l'on puisse distinguer les joints de grains.

La perlite C'est un agrégat formé de 89% de ferrite et 11% de Cémentite qui peut avoir deux aspects lamellaire ou globulaire On distingue une alternance de bandes claires et sombres qui ne représentent pas les constituants mais correspondent aux zones planes et inclinées de l'échantillon, provoquées par l'abrasion préférentielle causée par le polissage. A faible grossissement, les lamelles peuvent ne pas être distinctes

I.1.4. 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.

Chapitre I : Généralités sur les traitements thermiques des aciers

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.

I.1.5. 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...)

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.2. Traitements thermique des aciers

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).

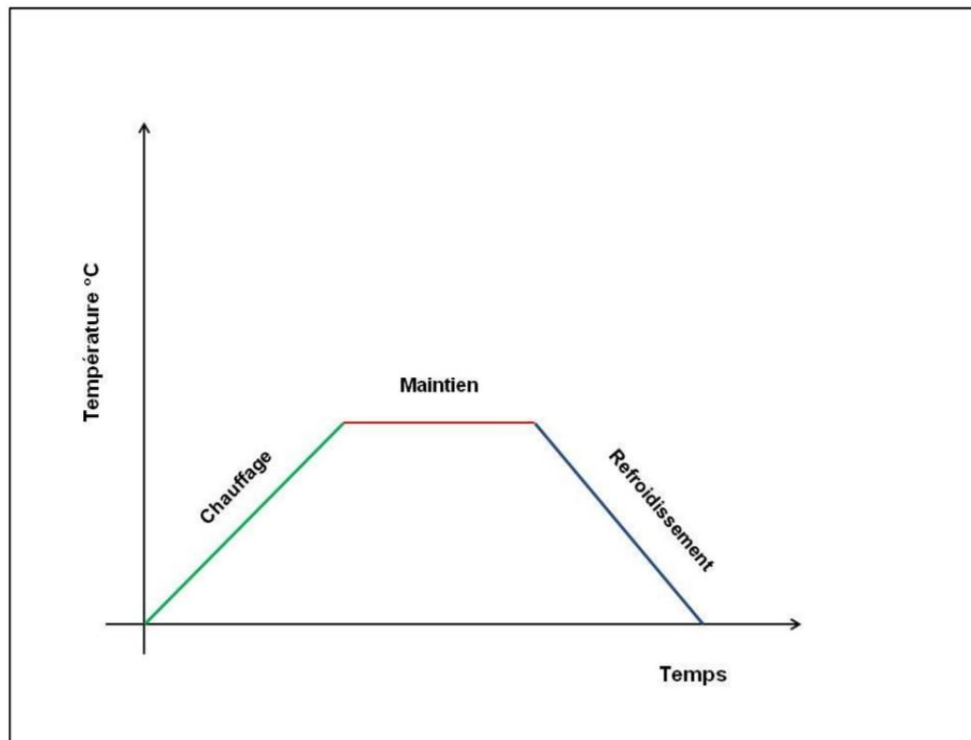


Figure.1.2.cycle des traitements thermiques classiques

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.

1.2.1. Recuit

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.

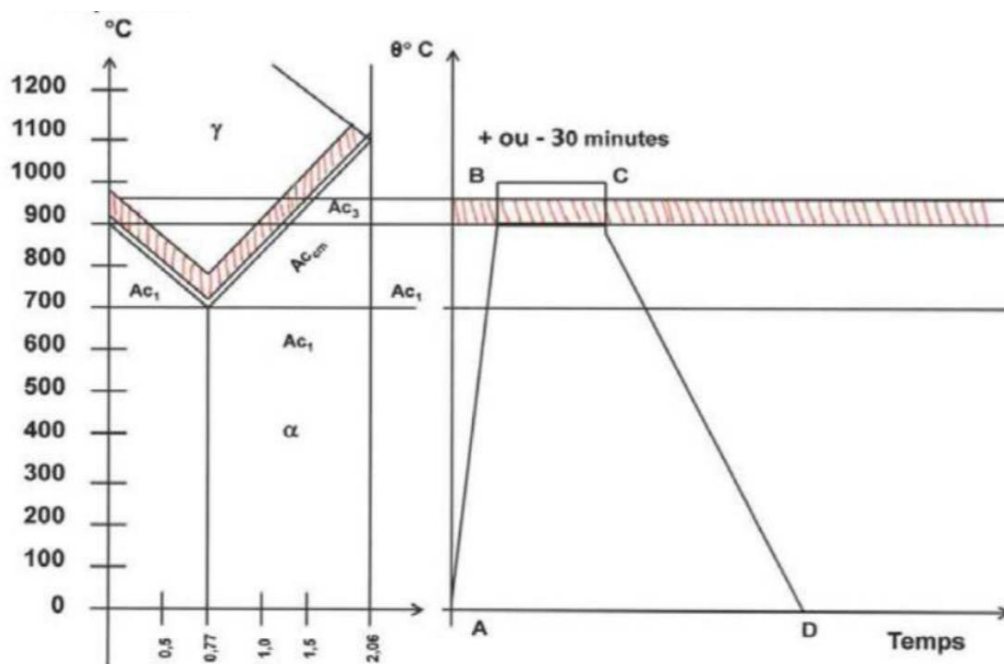


Figure.1.3. Cycle thermique du Recuit complet

▪ 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.

- **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.

- **Recuit de coalescence**

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

- **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.).

- **Recuit de détente**

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.).

1.2.2. Trempe

La trempe consiste à un chauffage de l'acier à une température de 30 à 50°C supérieure à celle de AC3, pour les aciers hypoeutectoïdes et supérieure à AC1, pour les aciers hypereutectoïdes. A cette température l'acier est maintenu jusqu'à l'achèvement du chauffage complet c'est à dire jusqu'à la transformation des phases, ensuite l'acier subit un refroidissement rapide avec une vitesse supérieure à la vitesse critique de la trempe (pour les aciers au carbone le plus souvent dans l'eau et pour les aciers alliés dans l'huile ou dans un bain de trempe d'autre nature).

Le but du refroidissement rapide et d'obtenir une structure martensitique, donc éviter une transformation perlitique. La transformation de l'austénite doit commencer et se termine dans le domaine de la martensite. Donc la trempe permet de donner un maximum de dureté

Chapitre I : Généralités sur les traitements thermiques des aciers

à l'acier HV = 700 à 800Kp/mm² ou HRC = 60 à 65, ce qui donne une structure convenable pour le traitement de revenu.

La trempe n'est pas un traitement thermique définitif, le plus souvent elle est suivie d'un revenu destiné à diminuer la fragilité et les contraintes internes afin de donner à l'acier les propriétés mécaniques appropriées.

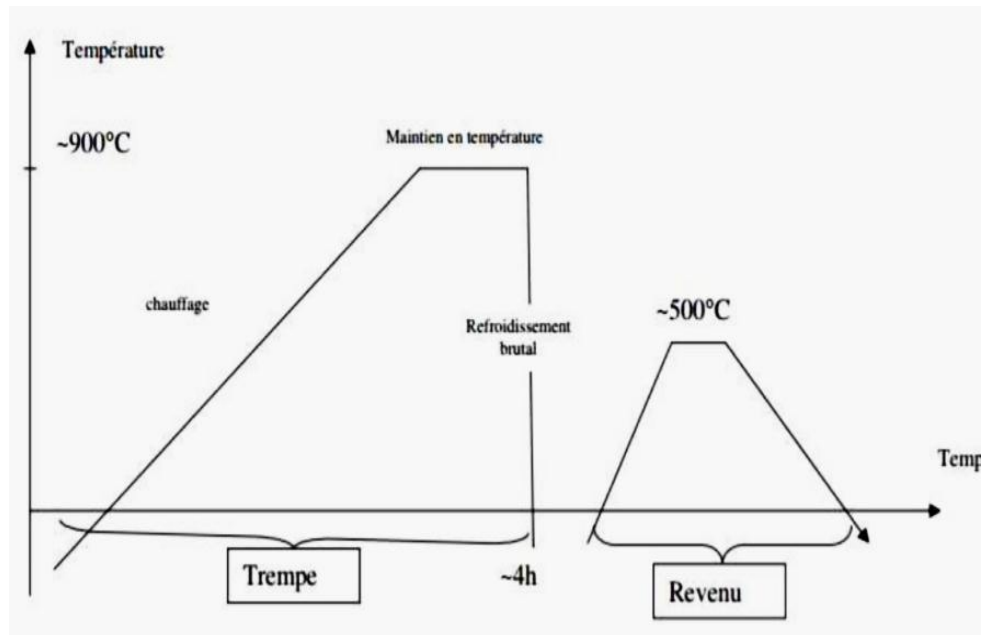


Figure.1.4.Cycle thermique de la trempe et revenu.

1.2.3.Revenu

Le revenu est un traitement thermique pratique, généralement après trempe, et qui a pour but de corriger les défauts causés par la trempe d'un acier (contraintes internes et fragilités). Le chauffage de l'acier trempé est effectué à une température inférieure à AC1, (selon la résistance exigée), suivi d'un maintien à cette température et au refroidissement jusqu'à la température ambiante (Fig. 2.1.5).

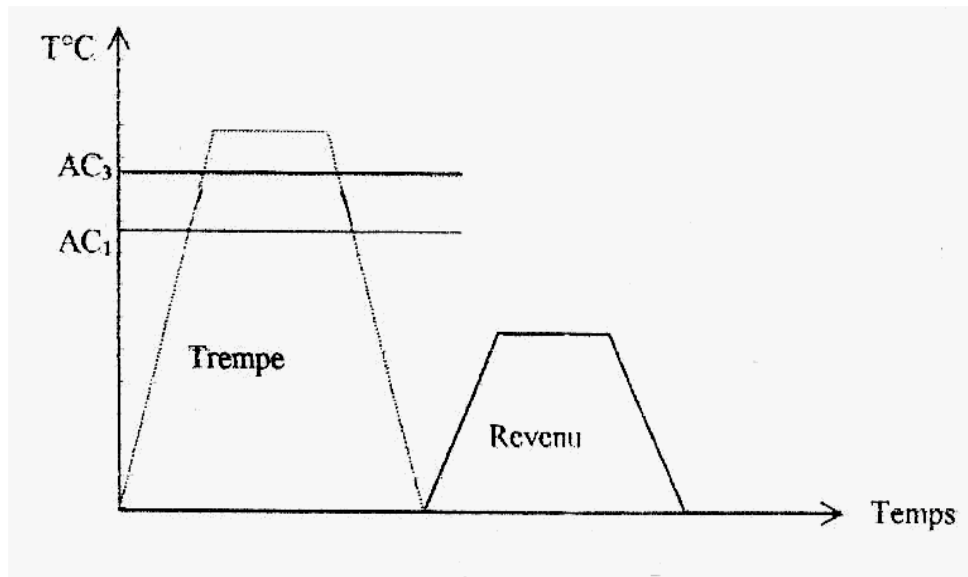


Figure 2.1.5 : Cycle de revenu

Le revenu est destiné à provoquer un retour plus ou moins marqué vers l'état stable à froid, donc d'obtenir les propriétés mécaniques requises, c'est à dire la martensite se transforme en de nouveaux constituants (sorbite, bainite).

Donc le revenu permet de supprimer les contraintes internes provoquées par la trempe, de diminuer la fragilité des pièces trempées tout en conservant une dureté suffisante. Cette suppression de contraintes est d'autant plus complète que la température du revenu est plus élevée, c'est à dire, l'affaiblissement des contraintes est le plus intense lorsque le maintien atteint 15 à 30 min à 550°C.

La vitesse de refroidissement après revenu, a une influence faible sur l'état des contraintes résiduelles. Néanmoins plus le refroidissement est lent, plus les contraintes résiduelles sont faibles. Un refroidissement rapide dans l'eau à partir de 600°C produit des contraintes thermiques nouvelles.

Pour éviter une déformation après revenu, surtout pour les pièces de formes complexes, il faut refroidir lentement. Les aciers alliés sont refroidis rapidement. Les propriétés d'un acier obtenu par revenu dépendent surtout de la température. Il existe trois modalités de revenus.

▪ **Revenu à basse température**

Le revenu à basse température s'effectue avec un chauffage vers 250°C et permet de diminuer les contraintes internes. Il transforme la martensite de trempe en martensite de revenu. Ce revenu augmente la résistance et améliore la ductilité sans altérer sensiblement la dureté (58 à 63 HRC), d'où une bonne tenue à l'usure. Il s'applique aux outils de coupe et aux instruments de mesure en aciers au carbone et faiblement alliés. La durée de ce revenu varie de 1 à 3 heures.

▪ **Revenu à température intermédiaire**

Le revenu à température intermédiaire se réalise entre 350 et 500°C et s'emploie pour les ressorts variés et les estampes. Il permet d'obtenir une limite élastique et une résistance à la fatigue élevées. La structure est de type troostite de revenu ou troostite - martensite dont les duretés varient de 40 à 50HRC. Le refroidissement après revenu à 400 ou 450°C se fait à l'eau, ce qui contribue à la formation en surface de contraintes de compression résiduelles qui élèvent la limite de fatigue des ressorts.

▪ **Revenu à haute température :**

Le revenu à haute température se fait entre 500 et 680°C, il donne à l'acier la structure sorbite de revenu. Ce type de revenu crée un meilleur rapport entre la résistance et la ductilité de l'acier. La trempe suivie de revenu à haute température (ce traitement double est appelé amélioration) améliore, par rapport à l'état normalisé, ou recuit, les limites de rupture et d'élasticité, la striction et surtout la résilience.

L'amélioration est appliquée surtout aux aciers de construction à moyen carbone (0,3 à 0,5%). La figure 2.16 montre l'évolution de la dureté HV 60 en fonction de la température de revenu.

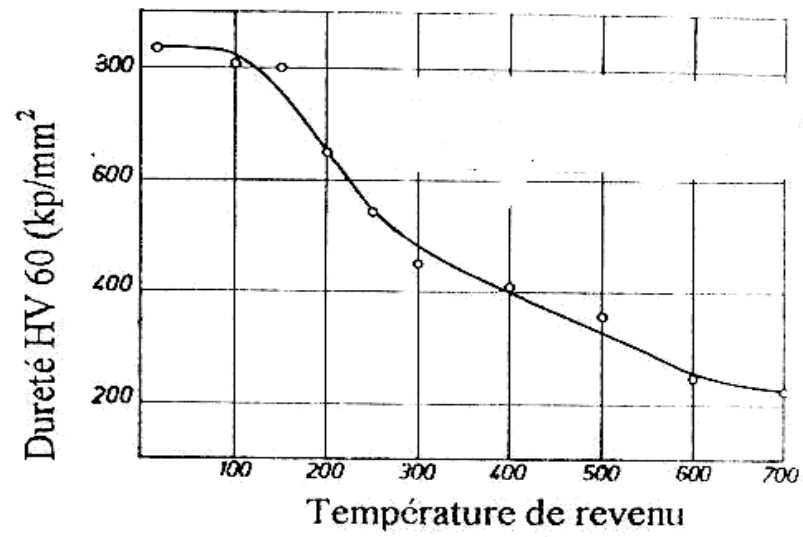


Figure 2.1.6 : température de revenu

CHAPITRE II
TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES
DES ACIERS

II.1. Introduction

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 carbonitruration, 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.2. Types de traitement thermochimique

En vue d'accroître les zones superficielles des matériaux notamment les aciers tant de point de vue mécanique que chimique, il existe plusieurs types de traitement thermochimique. Parmi lesquels, la cémentation et la nitruration occupent une part très importante dans l'industrie.

II.2.1. Cémentation

La cémentation est un traitement thermochimique d'enrichissement superficiel en carbone pour obtenir une couche martensitique très dure (à haute teneur en carbone) sur un cœur tenace. Les aciers de cémentation ont donc une teneur en carbone de base limitée de telle sorte que la martensite et la bainite susceptibles de se former à cœur conservent une ductilité suffisante ; cette limite se situe en général à 0,25 %.

L'opération est réalisée dans un milieu susceptible de céder du carbone à l'acier porté à une température supérieure à AC3, le plus souvent entre 880 °C et 950 °C. Pour accélérer les réactions d'apport et de diffusion du carbone dans l'acier, on opère parfois entre 950 °C et 1 050 °C sur des aciers élaborés pour conserver un grain fin à ces températures.

La cémentation est suivie d'une trempe réalisée soit directement à la sortie de la cémentation (trempe directe), soit après refroidissement du métal et réchauffage ultérieur. La couche cémentée atteint le maximum de dureté (environ 800 HV à 900 HV ou 64 HRC

Chapitre II : Traitements thermochimiques des aciers

à 67 HRC) après la trempe martensitique pour des teneurs en carbone voisines de l'eutectoïde, soit de 0,7 à 0,9. Un éventuel revenu de détente (entre 180 °C et 200 °C) après trempe ramènerait la dureté aux environs de 600 HV à 760 HV, ou 58 HRC à 63 HRC.

La profondeur de durcissement par cémentation dépend partiellement de la trempabilité des aciers, mais surtout des conditions du traitement. Par contre, c'est de la trempabilité que vont dépendre l'état structural et les performances mécaniques du cœur des pièces. Celui-ci, relativement pauvre en carbone, conserve généralement après la trempe une structure mixte martensite - bainite et éventuellement ferrite, d'autant plus martensitique que la trempabilité est élevée, mais toujours plus douce et plus tenace que la couche durcie. Ainsi les pièces cémentées trempées sont-elles à la fois dures en surface, tenaces à cœur et globalement peu fragiles. Leur endurance est accrue par l'existence en surface de contraintes de compression.

L'épaisseur visée pour la couche cémentée varie avec la destination et le volume de la pièce. Les épaisseurs importantes, de 0,8 mm à 1,8 mm ou plus, sont réservées à des pièces devant résister à l'usure et à des pièces de forte section. Pour les pièces de moyenne et faible sections, tels les engrenages d'automobiles, des épaisseurs de 0,2 mm à 0,8 mm peuvent être suffisantes.

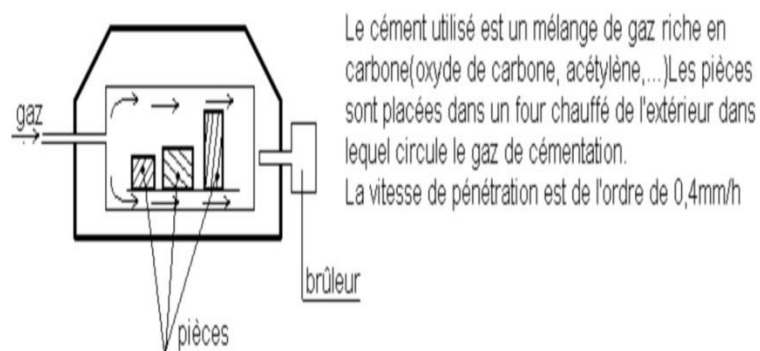


Figure. II.1: procédé de cémentation.

II.2.1.1. But et principe de la cémentation

La cémentation est le plus ancien traitement thermochimique maîtrisé par l'homme pour augmenter la dureté superficielle des pièces en acier. Pour cela, on augmente la teneur superficielle en carbone. La diffusion est toujours suivie de trempe à l'huile pour former des structures dures de martensite dans la couche enrichie.

La carburation ou cémentation par le carbone consiste à introduire du carbone à la surface de l'acier par diffusion en phase austénitique (900 à 1 000 °C). Sur les aciers qui peuvent subir un durcissement par trempe et/ou un durcissement par précipitation, la phase de diffusion est suivie d'un traitement thermique de durcissement.

II.2.1.2. Principaux domaines d'application

La cémentation est traitement de surface des matériaux par l'ajout de carbone qui serait responsable à l'augmentation des propriétés mécanique des aciers et des fontes. Les principaux domaines d'application sont :

- ✓ Résistance à la fatigue : principalement flexion, torsion.
- ✓ Résistance à la fatigue superficielle sous forte charge : roulement, roulement-glissement.
- ✓ Usure par abrasion.
- ✓ Pièces de grandes dimensions.

II.2.1. 3. Types de cémentation

- **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.

- **Cémentation solide**

Dans cette opération est un ciment solide, le plus souvent le charbon de bois. Pour accélérer la cémentation, on ajoute au charbon des activant dont le carbonate de baryum

Chapitre II : Traitements thermochimiques des aciers

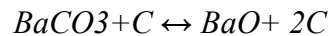
BaCO₃ et le carbonate de sodium Na₂CO₃ à raison de 10 à 40 % du poids du charbon. Le ciment solide largement utilisé se compose de charbon de bois, de 20 à 25% de BaCO₃ et jusqu'à 3,5% de CaCO₃.

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 :



- **Cémentation gazeuse**

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



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.

- **Cémentation ionique**

Les pièces à cémenter sont placées en position de cathode à l'intérieur d'une enceinte contenant un hydrocarbure sous pression réduite. L'application d'une différence de potentiel électrique entre une anode et une cathode (la pièce) conduit à la formation d'une décharge électrique dans l'enceinte et d'une couche luminescente qui entoure la pièce, dont le chauffage est assuré par le plasma.

De façon très simplifiée, les gaz carburants sont dissociés pour fournir du C libre. Par rapport aux autres techniques de cémentation, la cémentation par plasma présente les avantages suivants :

- ✓ Possibilité d'effectuer un décapage ionique préalable de la surface à cémenter afin de la nettoyer.- Transfert plus rapide de carbone dans l'acier.
- ✓ Meilleur contrôle des paramètres de traitement et de la productibilité.- Plus basse consommation de gaz et d'énergie.
- ✓ Absence de pollution de l'environnement.
- ✓ Plus grande propreté et absence d'oxydation superficielle des pièces traitées ;
- ✓ Possibilité de réaliser des zones cémentées très précisément délimitées.

II.2.2. Nitruration

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

Chapitre II : Traitements thermochimiques des aciers

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 carbonituration, 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 carbonituration 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 70. 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.

II.2.2.1. 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 élevée 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

II.2.2.2. Types et utilisation de la nitruration

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.

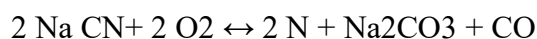
Les propriétés de la surface nitrurée ou nitrocarbure obtenue ne dépendent pas, dans de nombreux cas, du processus de production. La profondeur de cémentation requise est déterminée par l'application du composant nitruré et peut être ajustée au moyen de la température et du temps de nitruration.

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.

▪ 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 :



▪ **La nitruration gazeuse**

La nitruration gazeuse fait partie des procédés de diffusion thermochimique. A des températures de traitement de 480 à 580 °C, la surface est soumise à un traitement thermochimique en présence d'azote et éventuellement de carbone. Grâce aux derniers développements des techniques de nitruration gazeuse contrôlées et de régulation en 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.

▪ **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 décapent et pénètrent dans la couche superficielle. Les traitements sont ainsi plus précis et plus rapides

II.2.3. 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.

Chapitre II : Traitements thermochimiques des aciers

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 carbonituration, une trempe dans un bain de sel oxydant (380-420°C) produit un oxyde de fer noir (Fe_3O_4) sur la surface.

Il remplit les pores de la couche de combinaison et agit comme une protection supplémentaire contre la corrosion. Après un refroidissement à température ambiante, les composants peuvent être polis, puis oxydés selon l'application. En raison d'un apport élevé en nitrogène, 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.

II. 2.3.1. Formation et composition de la couche de nitrure

A température de nitruration, le nitrogène se diffuse dans la surface d'acier et réagit avec le fer en formant du nitrure de fer γ' (Fe_4N), contenant jusqu'à 6 % en poids de N. Avec l'augmentation du nitrogène, la phase ϵ (Fe_3N) se forme, pouvant absorber jusqu'à 11 % en poids de N.

Ces deux phases de nitrure de fer, $\epsilon + \gamma'$, forment la couche de combinaison, également désignée "couche de nitrure ou couche blanche. Cette couche de combinaison ne contient aucun métal mais est constituée d'une phase non-métallique, formée par le fer et le nitrogène. Dans les zones périphériques de la couche de combinaison, une couche poreuse peut être trouvée.

Chapitre II : Traitements thermochimiques des aciers

Le pourcentage de nitrure γ' et ϵ dépend du contenu en carbone de l'acier: un contenu en carbone plus élevé implique la formation de ϵ , un contenu plus faible en carbone forme plus de nitrure de fer γ . La couche de combinaison est relativement dure et sa dureté augmente avec l'augmentation du contenu de nitrure formant les éléments d'alliage, alors que la profondeur de cémentation diminue.

Sous la couche de combinaison se trouve la couche de diffusion contenant du nitrogène en solution solide. Elle contient également des nitrures métalliques 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 subi-microscopique, les nitrures dans la couche de diffusion des aciers à faible teneur en carbone ne peuvent généralement pas être observées une fois que l'échantillon métallographique a été attaqué. Le nitrogène en solution solide précipite en forme d'aiguilles de nitrure γ' . Ces aiguilles de nitrure peuvent être attaquées de façon à ce

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

II. 2.3.2. 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

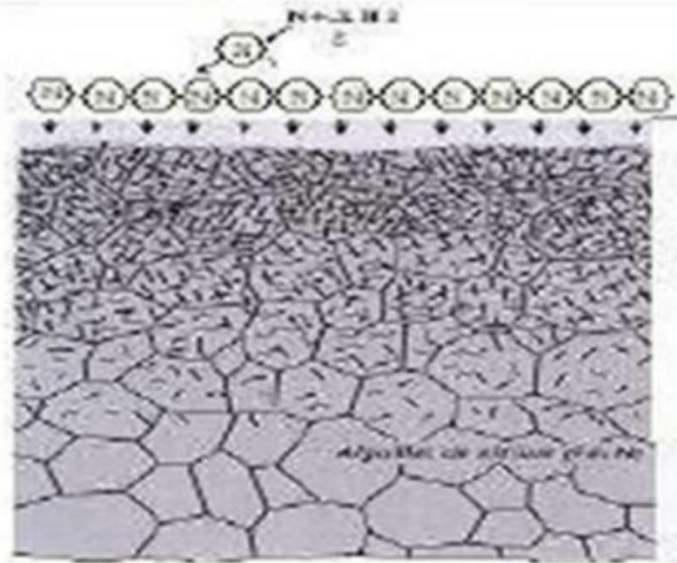


Figure. II.2. les couches de nitruration

II. 2.3.3. Couches de nitrure 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.

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.

Chapitre II : Traitements thermo-chimiques des aciers

L'introduction de l'ammoniaque directement dans le four donne le gaz porteur. L'azote (N_2) 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 NH_3 , N_2 et H_2 . 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.

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

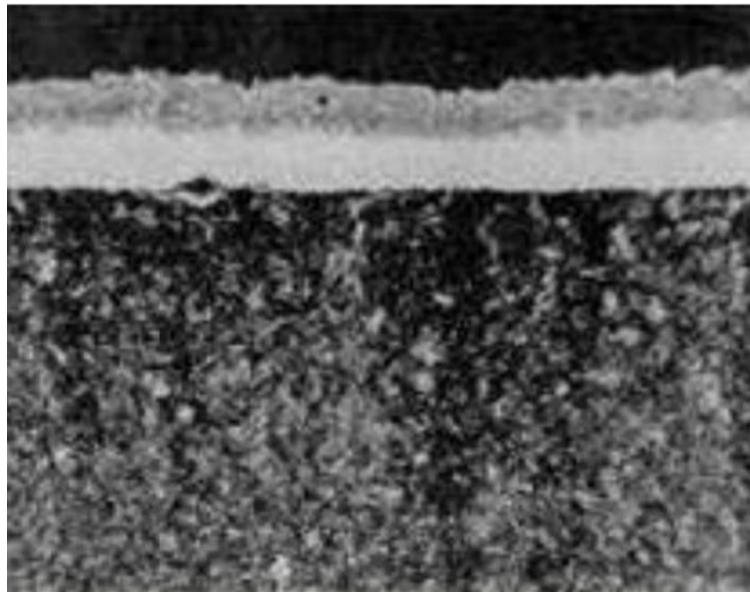


Figure .II.4. « La structure après nitruration »

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. 2.3.5. Propriétés des couches de nitrure 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

II. 2.3.6. 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

II. 2.3.7. 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%.

II. 2.4. La nitrocarburation

La nitrocarburation est une variante du processus de nitruration. Il s'agit d'un processus de diffusion thermochimique où des atomes d'azote, de carbone et, dans une très faible proportion, d'oxygène sont diffusés dans la surface de la pièce en acier, formant une couche de combinaison en surface et une couche de diffusion.

Ce processus est réalisé principalement afin d'obtenir une résistance à l'usure de la couche superficielle et améliorer la résistance à la fatigue, car la surface est en compression. Les avantages du processus incluent la capacité de durcir les matériaux qui ne sont pas prétraités, la température relativement basse du processus qui minimise la déformation et le coût relativement économique par rapport à la cémentation.

Les industries concernées par ce type de traitement sont entre autres : pétrole et gaz, soupape, pompe, équipement agricole, automobile, emboutissage, textile, extrusion et moulage par injection et composants d'armes à feu. Les pièces principalement concernées sont : les engrenages et arbres de pignon, les robinets, sièges, billes, tiges, régulateurs, les composants de pompe - pistons, cylindre, les hacheurs de moissonneuse-batteuse, séparateurs, transfert de récolte, composants de coupe, les axes de boîte de vitesse, pièces d'embrayages, pompes à huile de moteur diesel, engrenages, vilebrequins et arbres à cames, etc.

La couche de combinaison est résistante à la corrosion et à l'usure, sans être fragilisée, contrairement à son équivalent dans le processus de nitruration. Étant donné qu'elle fournit une partie essentielle des propriétés requises par le processus, elle ne doit pas être éliminée par rectification ultérieure. En dessous de la couche de combinaison, la couche nitrurée améliore de façon significative la résistance à la fatigue du composant.

II. 2.5. La carbonituration

La carbonituration est un traitement de diffusion généralement effectué entre 845 °C et 870 °C dans une atmosphère gazeuse, en ajoutant 0,7 à 1,2 % de carbone et 1,0-5,0 % (<5 %) d'azote (NH₃) à la surface des aciers au carbone ou des aciers faiblement alliés. Après le temps de diffusion, les composants sont directement trempés à l'huile.

La profondeur cémentée atteinte n'est généralement pas supérieure à 0,7 mm environ et dépend non seulement des profondeurs de carbonituration, mais aussi de la température de durcissement, la vitesse de trempe, la trempabilité de l'acier et les dimensions du composant. Une trempe peu énergétique, généralement à l'huile ou à l'air, est effectuée soit à la sortie des pièces du four après refroidissement, soit après un deuxième chauffage.

Le traitement thermique est terminé par un revenu à basse température, située entre 150 °C et 200 °C, pour les plages de profondeur de couche cémentée les plus profondes, ce qui permet de réduire la fragilisation en fonction des circonstances tribologiques.

Il y a une certaine analogie avec le traitement de cémentation. La cémentation, rappelons-le, consiste à enrichir en carbone la zone superficielle de pièces en acier à bas carbone, puis à les tremper de manière à obtenir une couche martensitique dure, résistant à l'usure et un cœur tendre et ductile, susceptible d'absorber des chocs.

Ce traitement s'applique à des aciers de cémentation qui contiennent des éléments d'alliage destinés à améliorer la trempabilité et à conférer à la pièce une certaine résistance à cœur. Par contre, lorsqu'on désire obtenir un résultat analogue avec des aciers qui se prêtent moins bien à la trempe, tels que des aciers de décolletage, on procède à un traitement de carbonituration.

Chapitre II : Traitements thermochimiques des aciers

Dans ce cas, on ajoute à l'atmosphère de cémentation une quantité d'ammoniac généralement inférieure à 5 % du volume. À la température de traitement, l'ammoniac se décompose en azote et en hydrogène. Une partie de l'azote pénètre dans le réseau cristallin de l'acier en provoquant entre autres une augmentation importante de la trempabilité. Les pièces carbonitrurées peuvent donc ensuite être trempées.

Un inconvénient non négligeable est que, si l'azote augmente la trempabilité de l'acier, il abaisse fortement le point Ms (« Martensite Start ») et augmente donc le volume d'austénite résiduelle qui peut être, par suite, très élevé, et cette austénite n'est guère favorable, aux caractéristiques mécaniques, à la tenue en fatigue et à la stabilité dimensionnelle des pièces.

La carbonituration est principalement appliquée pour obtenir une couche cémentée dure et résistante à l'usure. La diffusion de carbone et d'azote augmente la trempabilité du carbone ordinaire et des aciers faiblement alliés et crée une couche cémentée plus dure que la cémentation. Le processus de carbonituration est particulièrement adapté pour la production de série de petits composants. La déformation est réduite en raison de la faible température nécessaire pour la carbonituration par rapport à la cémentation. La vitesse de trempe douce réduit le risque de tapure de trempe.

Un vaste éventail d'aciers peuvent être carbonitrurés²⁹, des aciers au carbone ordinaire aux aciers doux (avec une teneur en aluminium réduite), en passant par les aciers faiblement alliés avec un maximum variant de 0,25 % à 0,50 % de carbone, les aciers de décolletage et les aciers frittés. La carbonituration est généralement appliquée aux pièces de formes complexes. Il s'agit d'un traitement de plus en plus, prisé par les industries exigeant une grande précision pour leurs pièces (véhicules automobiles et aéronautique).

CHAPITRE III
MATERIAUX ET METHODE
EXPERIMENTALE

Dans ce chapitre nous allons présenter les matériaux étudiés, le mode de préparation des échantillons, les investigations expérimentales utilisées pour l'élaboration des aciers étudiés et les techniques et les équipements utilisés. On décrira les différentes conditions des expérimentations réalisées et la méthodologie concernant l'obtention de caractérisation des couches de nitruration, les zones formées lors de ce traitement

III.1. Présentation et historique de l'Entreprise ALGAL+ :

Nous avons effectué la partie pratique de notre travail de recherche à l'entreprise ALGAL+. Cette entreprise est une société installée à M'sila, elle est spécialisée à la production des profilés d'aluminium de toutes les formes selon l'exigence du client en utilisant la technique de l'extrusion.

Cette entreprise est un complexe industriel qui a été installé en 1985 par la société japonaise « UBE ». Elle a deux presses d'extrusion : UBE et SCHOEMANN et d'une capacité de filage annuelle de 18000 tonnes, deux chaînes de thermolaquage, une chaîne d'anodisation et de coloration chimique et un atelier de fonderie.

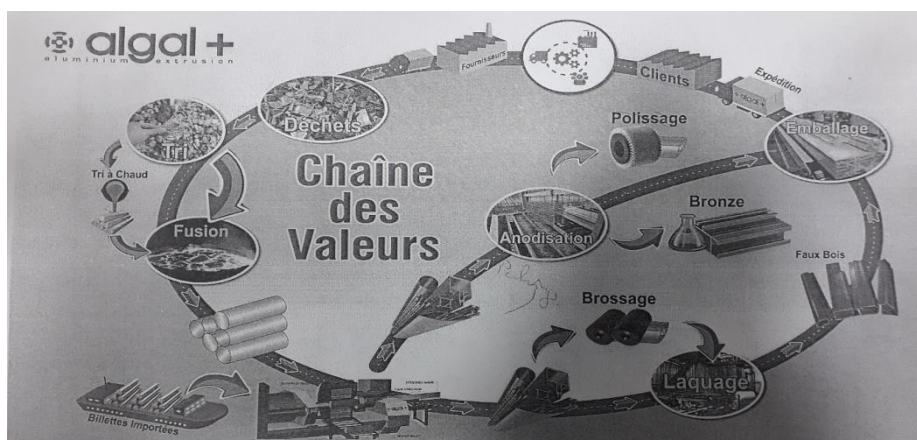


Figure III.1. Chaîne de production de l'entreprise ALGAL+

▪ Les activités la société :

- La production de plusieurs types des profilés d'aluminium ;
- Traitement des surfaces, anodisation, coloration et laquage ;
- Fournir des matériaux préliminaires comme les billettes, lingots, produits chimiques, les filières et pièces de rechanges ;

- Produite les séries des profilés : 29000, 41000, 42000 et de la longueur 600 mm.
- La capacité de fabrication de 32 tonnes/jour ;
- Exportation des profilés extrudés.

III.2. Procédures expérimentales

III.2.1. Matériaux étudiés

Pour réaliser notre travail, on a utilisé quatre types d'aciers selon le traitement thermo-chimique de nitruration. Les matériaux utilisés sont : 16MC5, 16NC6, acier cémenté, H13.

Généralement, les aciers choisis pour cette étude, possèdent d'excellentes propriétés, ils ont une 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 cémenté 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.2.2. Mode de préparation des échantillons

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

III.2.2.1. 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 quatre types d'aciers.

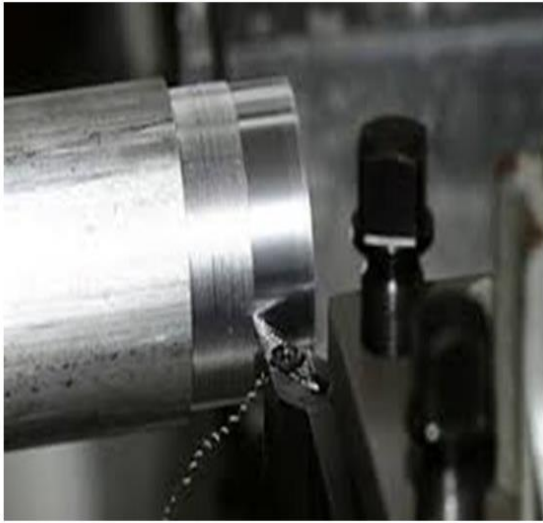


Figure.III.2.Machine de tournage.



Figure.III.3.Machine de découpage.



Figure III.4. Acier cémenté



Figure III.5. 16NC6/16MC5

III.2.2.2. 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

Chapitre III : Matériaux et méthode expérimentale

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.2.2.3. Traitement de nitruration

Dans ce traitement on va se baser sur deux paramètres : le temps (2h ,4h, 6h et 8h) et la température (520°C, 540°C et 560°C) pour chaque type du matériau traité. Les deux tableaux suivants présentent les différentes étapes de traitement de nitruration effectuées selon la variation du temps et de la température.

Temps 8h (Ct)	T(°C) =520°C Eprouvette N 6	T(°C) = 540°C Eprouvette N 5	T(°C) = 560°C Eprouvette N 1
16MC5 (H)	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1
16NC6	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1
Acier cimenté	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1
H13	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1

Tableau III.1. Temps fixe , température variée

Temp 560°C (Cte)	t(h)= 2h EprouvetteN2	t (h)= 4h EprouvetteN3	t(h)= 6h EprouvetteN4	t(h)= 8h EprouvetteN 1
16MC5 (H)	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1
16NC6	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1
Acier cimenté	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1
H13	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1	Nombre 1

Tableau III.2. Temps varié , température fixe

Notre plan de traitement de nitruration est varié par rapport à chaque type d'acier. Le traitement de nitruration est effectué dans un four industriel de nitruration de type NACHI. Les paramètres, la capacité et caractéristiques techniques de four ont été indiqués ci-dessous : Température de service : 550 à 580°C, Maxi. 600°C.

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 assurer la propagation de la chaleur.



Figure.III.7. Four de nitruration « NACHI »

III. 3. 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.3 : 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.3.1. 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.3.2. 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 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.3.3.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.3.4.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.8) 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.8.Microscopie optique de type Toupview

III.4. Résultats et discussions

A cause de la pandémie Covid-19 et Suite à la fermeture du laboratoire de l'université, on n'avait pas l'occasion de suivre la partie expérimentale notamment la partie de caractérisation des échantillons subissant des traitements de nitruration. C'est pourquoi on était obligé d'utiliser des résultats obtenus dans ce cadre par d'autres chercheurs et on a essayé de faire une discussion sur la structure, morphologie et dureté des couches de nitruration effectuées par plusieurs auteurs.

Le traitement de nitruration conduit à l'établissement d'une couche durcie dans la zone superficielle des pièces les rendant ainsi plus aptes à résister à l'usure et à la corrosion. Comparée aux autres traitements thermo-chimiques de durcissement, la nitruration présente l'avantage de ne pas modifier que très faiblement les géométries et l'état de surface des matériaux [1- 3].

De manière générale, quel que soit le procédé utilisé, le traitement de nitruration se caractérise par la diffusion d'azote à partir de la surface vers le cœur du matériau et par la formation d'une couche de combinaison superficielle après une période d'incubation. Si la durée du traitement est suffisamment longue, les chercheurs du domaine ont constaté un ralentissement de la croissance de la couche de combinaison alors que la diffusion de l'azote se poursuit vers le cœur du matériau [4].

Dans cette partie de ce chapitre, nous présentons un rapport critique sur la structure et les phases de nitride de fer et discutons tant de point de vue des mécanismes de formation des couches nitrurées résultant de ces traitements que les relations entre microstructure et propriétés mécaniques de ces nitrures.

III. 4. 1. Nitrures de fer

Le diagramme fer-azote Fig (III-9) représente les domaines d'existence des phases métallurgiques. La solubilité de l'azote dans la ferrite croît avec la température et atteint 0.1% en poids à la température eutectoïde (590°C). Quant à la phase austénitique, elle peut dissoudre jusqu'à 2.35% N en poids à la même température [5].

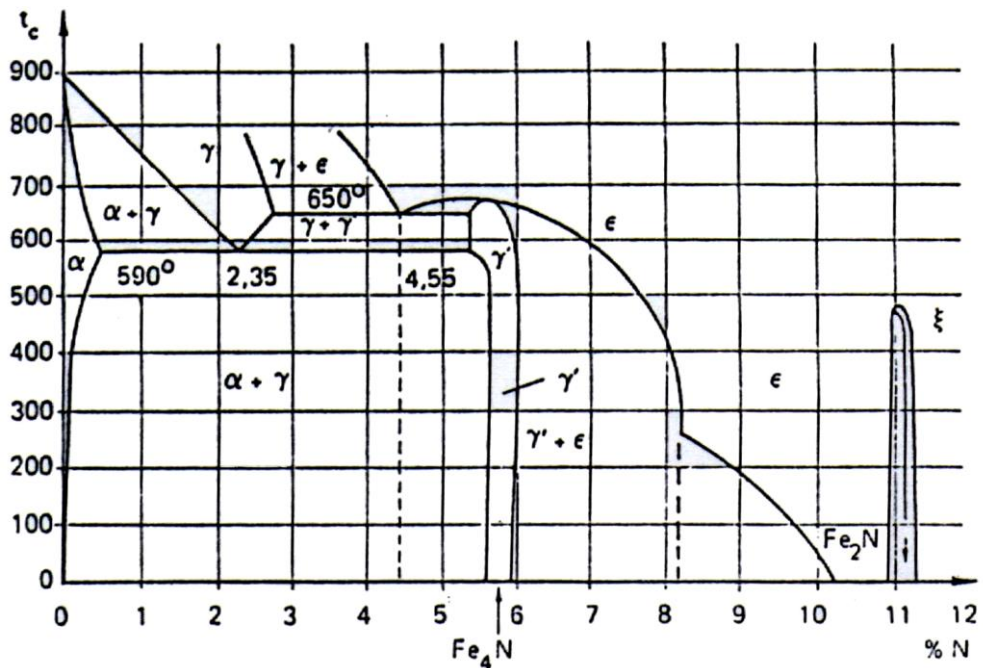


Figure III-9 : Diagramme fer – azote [5].

Le tableau I.B.1 rassemble les principales phases rencontrées dans ce diagramme ainsi que les structures cristallographiques et les paramètres de la maille correspondants. La phase ϵ notée $Fe_{2,3}N$ est un arrangement hexagonal compact d'atomes dont les paramètres a et c varient avec la concentration d'azote en interstitiel.

Le domaine d'homogénéité de cette phase s'étend pratiquement jusqu'à la composition Fe_2N . Elle devient aussi majoritaire lorsque la température est élevée. La phase γ' - Fe_4N adopte une structure cubique à face centrée dont le paramètre varie de 3.788 à 3.803 Å selon le pourcentage d'azote [6].

Les atomes d'azote n'occupent qu'un seul quart des sites octaédriques. Cette phase possède un domaine d'homogénéité limité et n'est pas stable qu'aux températures inférieures à 680°C.

Les éléments d'addition dans le cas des aciers de construction améliorent certaines propriétés. Parmi ces éléments, le chrome et le molybdène ont une grande affinité pour l'azote et participent plus ou moins, suivant les conditions de traitement, au processus de formation des nitrures et nitrocarbures.

III. 4. 2. Couches de nitrure de fer.

La couche de combinaison peut ne pas exister ou être constituée de nitrures de différents types, par exemple γ' -Fe₄N ou ϵ -Fe₂₋₃N seuls ou présents simultanément suivant les conditions de nitruration. La formation de la couche de combinaison dépend du mécanisme du traitement utilisé et la quantité d'azote de l'atmosphère environnant. Le modèle admis en général pour expliquer ces phénomènes s'appuie sur les travaux de Kölbl [7, 8] confirme que les nitrures formés à la surface par un traitement de nitruration se décompose en nitrures Fe₂N et Fe₃N et les atomes d'azote produits de la décomposition susceptibles de diffuser dans le matériau.

La présence de la couche de combinaison dépend principalement de la concentration critique d'azote en surface et non pas du mécanisme du traitement [9]. Pour une quantité d'azote inférieure à 10% dans le gaz, M. Confente et al. [10] ont montré l'absence de la couche de combinaison. Lorsque l'atmosphère nitrurant contient plus de 10% d'azote, Metin et Inal [11], indiquent que la formation très rapide de nitrures pendant le traitement est en accord avec le modèle de Kölbl.

L'ensemble de ces travaux montre que le rôle du traitement de nitruration dans la formation de la couche de combinaison ou de diffusion dépend principalement de la composition du milieu nitrurant.

La structure et la composition chimique de l'acier, la durée et la température de du traitement de nitruration. Chacun de ces paramètres, pouvant être ajusté indépendamment les uns des autres, peut modifier les caractéristiques de la couche de nitrure.

III. 4. 3. Mécanisme de formation des couches de nitrure de fer

Au cours de la nitruration, l'évolution de la fraction volumique d'azote en fonction de la profondeur peut être décrite par les lois de diffusion établies par Fick [19]. Rozendaal et al. [20] ont développé une méthode de calcul à partir de la deuxième loi de Fick en appliquant le modèle proposé par Crank [21]. Ces modèles ne prennent pas en compte l'existence des joints de grains, qui constituent des sites particuliers de diffusion de l'azote et des dislocations qui représentent des courts circuits de diffusion.

L'épaisseur de la couche de diffusion de l'azote dans les aciers alliés et non alliés obtenue par nitruration pour des durées de traitements élevés est proportionnelle à la racine carré du temps de traitement [22-24]. Ceci indique que, malgré les phénomènes décrits précédemment, le processus de nitruration est globalement gouverné par la diffusion volumique de l'azote [25].

La présence de carbone dans le matériau modifie le coefficient de diffusion de l'azote [26]. Les atomes de carbone présents dans les sites interstitiels de la ferrite limitent les sites disponibles pour l'azote et rendent plus difficile la diffusion. De plus, les aciers au carbone montrent une aptitude à la nitruration moins grande que les aciers à faible teneur en carbone du fait du grand nombre de carbures présents dans ces aciers [26].

L'influence de la composition du gaz nitrurant sur l'épaisseur de la couche de diffusion dépend de l'absence ou de la présence de la couche de combinaison. Lorsque la couche de combinaison est établie, il y a saturation de la quantité d'azote admissible en surface et la profondeur de nitruration ne dépend que de la durée de traitement, du taux de dissociation du gaz environnant et de la température.

III. 4. 4. Structure et morphologie des couches de nitrure de fer.

A propos de l'analyse métallographique, le processus de nitruration se caractérise, de manière générale, par la diffusion de l'azote à partir de la surface vers le cœur du matériau. La précipitation et/ou la formation d'une couche de nitrure comme indique la figure ci-dessous obtenu par Benarioua au cours de la nitruration ionique d'un acier AISI 4140 [9]. Ce traitement de nitruration avait généralement pour conséquence la formation de deux zones distinctes :

- ✓ une couche riche en azote située en extrême surface et correspondant à la couche de combinaison, appelée couche blanche.
- ✓ une couche plus profonde pauvre en azote qui correspond à la couche de diffusion.

Lors de la nitruration ionique des aciers faiblement alliés, seules les phases γ' - (Fe_4N) et ε - ($\text{Fe}_2\text{-}3\text{N}$) sont généralement observées bien que Métin et Inal [11] aient pu déceler la présence de la phase ε - (Fe_2N) sur une épaisseur très faible dans le cas de la nitruration du fer pur. Une couche monophasée de nitrure γ' - (Fe_4N) peut être observée pour des températures élevées et une proportion N_2/H_2 faible. Pour des températures plus basses ou une proportion N_2/H_2 plus élevée, les deux nitrures peuvent être présents simultanément [9].

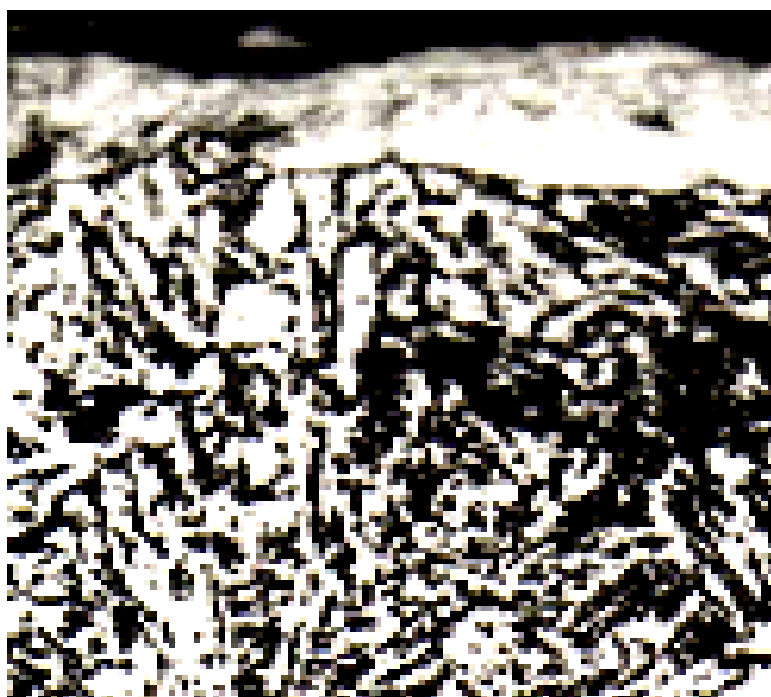


Fig III-11: Micrographie de la couche des nitrures de fer obtenue par implantation ionique [9]

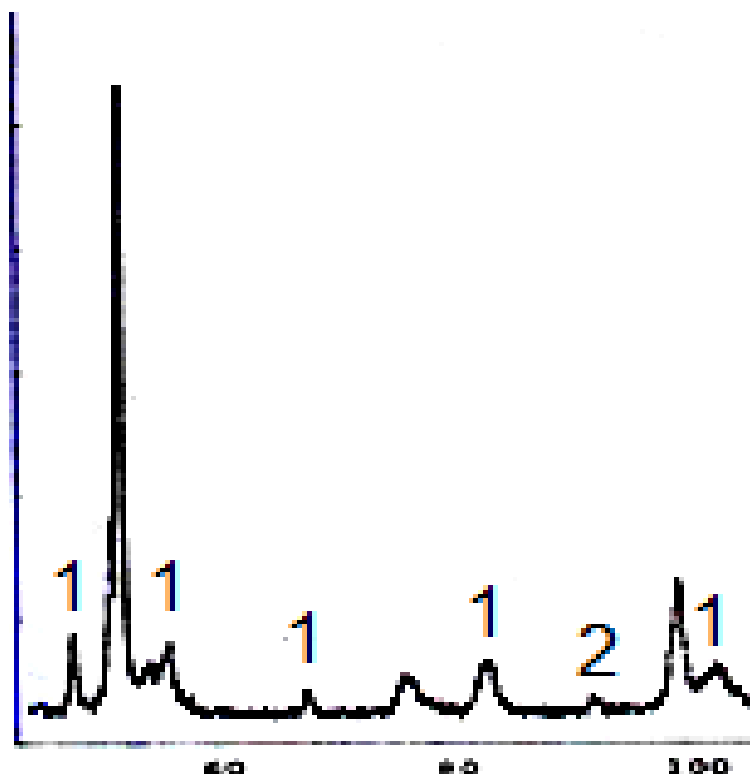


Fig III-12 : Spectre de diffraction des rayons X d'un acier nitruré par implantation ionique (1) γ et (2) ϵ [9]

Le temps de traitement est aussi un paramètre influant sur la morphologie de la couche de combinaison. Métin et Inal [11] ont observé dès les premiers instants de la nitruration ionique du fer pur, la formation d'une couche de combinaison composée de nitrure γ' sous une atmosphère composée de 50% N_2 et 50% H_2 à une température de 550°C. Dans les mêmes conditions de traitement, la couche de combinaison présente un caractère biphasé (γ' et ϵ) pour des temps de traitement plus longs (2h et 6h).

La quantité d'azote influe principalement sur la morphologie de la couche de combinaison, pour les aciers à teneur en carbone inférieure à 0.2% en masse. Lorsque la teneur en carbone est comprise entre 0.2% et 0.3%, Kurny et al. [13] observent la diminution de la quantité de nitrure ϵ avec la durée de traitement.

Cette diminution peut sans doute s'expliquer par la décarburation causée par la pulvérisation cathodique [14, 15]. Ceci est confirmé par le fait que pour des conditions de

traitements similaires appliqués au fer pur, seul le nitrure γ' est présent dans la couche de combinaison.

L'augmentation de la couche de combinaison en fonction du temps ne suit pas une loi parabolique comme pour la nitruration gazeuse. Dès les premiers instants de la nitruration, il se produit une augmentation rapide de l'épaisseur de la couche de combinaison suivie d'une stabilisation [11,16]. L'augmentation rapide peut être expliquée par la quantité d'atomes de fer pulvérisés de la surface cathodique [11].

Par ailleurs, Kurny et al. [13] ont montré que l'épaisseur de la couche de combinaison évolue en fonction du temps de nitruration ionique. La croissance de la couche de combinaison est aussi influencée par la température et la composition du gaz nitrurant. La diminution du rapport de N_2/H_2 et de la température conduit à une réduction considérable de l'épaisseur de la couche de combinaison.

Sous la couche de combinaison, les atomes d'azote excédentaires provenant de la surface diffusent vers le cœur du matériau en formant une couche de diffusion. Pour les aciers alliés, l'azote peut se combiner avec les éléments d'addition pour former des nitrures. Le processus de précipitation des nitrures a été décrit de manière très précise par Jack [18].

III. 4. 5. Dureté.

Les résultats rencontrés dans la littérature montrent que l'introduction de l'azote en forte concentration dans les aciers stabilise leurs phases austénitiques et améliore les propriétés mécaniques de leurs surfaces notamment la dureté. Dans le cas général, l'azote en solution solide est un élément gammagène plus puissant que le carbone [27].

En effet, Jack et al. [28] ont montré que le fait d'augmenter la teneur en azote de 0.1% à 0.87% de N conduit à transformer une structure austéno-férritique contenant 30% d'austénite en une structure complètement austénitique.

Lors de la nitruration, l'établissement d'un gradient de concentration d'azote à l'intérieur de l'acier génère des contraintes résiduelles de compression dans la couche et de traction dans le cœur. L'accommodation des contraintes introduites par la diffusion des atomes d'azote a pour conséquence la multiplication des dislocations [4,29].

La formation d'une couche de nitrure se traduit par un accroissement local de la dureté. En dehors de la couche superficielle formée de nitrure γ' ou ϵ , et qui n'excède pas la dizaine de microns, l'accroissement de dureté dépend de la création et de la nucléation de dislocations ainsi le blocage de celle-ci par les précipités.

Les conditions de traitement, la composition chimique et la microstructure influencent la propriété de dureté. A titre d'exemple, pour les aciers au chrome traités par nitruration dans les mêmes conditions, Barker et Smith [30] ont montré que la dureté augmente quand la teneur en chrome est élevée. Ils ont constaté aussi que cette propriété est inversement proportionnelle à la température de revenu avant nitruration.

Pour l'acier au manganèse, la microdureté d'après Mongis et al. [31] est plus forte lorsque la nitruration intervient sur les pièces brutes que lorsque les pièces ont subi des traitements thermiques classiques.

La capacité de durcissement par nitruration d'un acier allié dépend du type et de la répartition des éléments d'alliage. Si les éléments d'alliage sont déjà sous forme de précipité avant la nitruration, ils ne peuvent s'associer avec l'azote pendant le traitement.

A titre d'exemple la figure I.B.5 montre qu'un acier fortement allié au chrome, pour lequel des amas de carbures préexistent avant nitruration, n'atteint pas les mêmes niveaux de durcissement qu'un acier faiblement allié. Pour des durées de nitruration suffisamment longues, un plateau de dureté peut être observé dans la couche de diffusion.

Ce phénomène a été principalement constaté dans les couches nitrurées d'un acier allié au chrome [32], ce plateau résulte de la saturation en azote de l'acier et de la formation d'une couche riche en carbone [22].

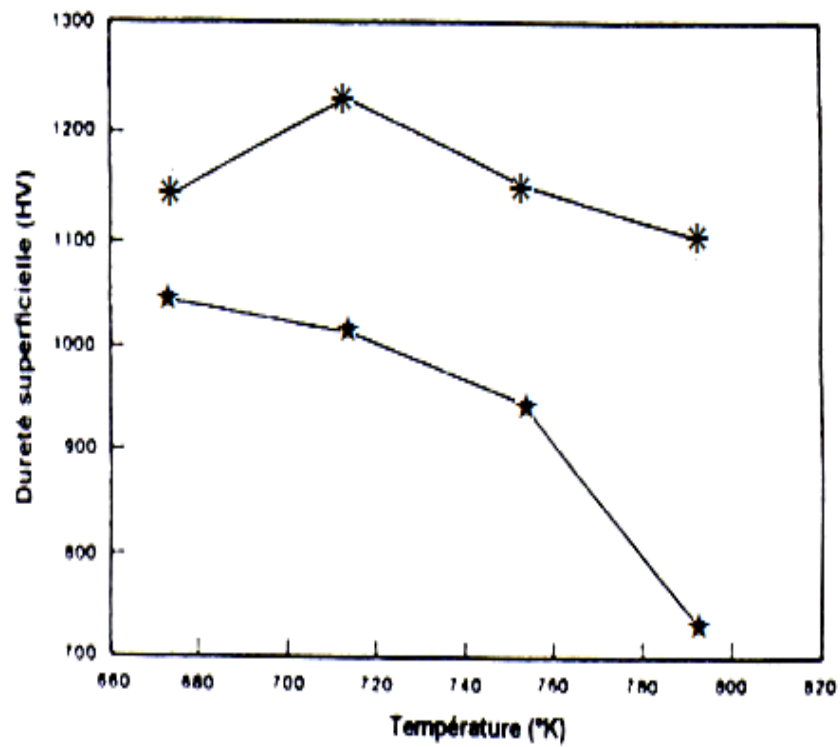


Figure III-13 : Dureté superficielle en fonction de la température de nituration pour les aciers à 12% Cr (★) et 5% Cr (*) [24].

CONCLUSION

Conclusion

Les traitements superficiels concernent une vaste famille de procédés dont l'objectif est d'augmenter les propriétés mécaniques et chimiques des zones superficielles des matériaux notamment les aciers contre l'usure et la corrosion. Cette famille de traitement est caractérisée par l'incorporation des éléments légers non métalliques dans la zone des matériaux à traiter pour des températures généralement élevées.

Ces procédés qui sont traditionnels ou performant appelés traitements thermo-chimiques. Parmi ces techniques de traitement, la nitruration fait à l'heure actuelle l'objet de nombreux développements consécutifs aux exigences de plus en plus sévères des concepteurs. On sait que le changement superficiel d'un alliage fer carbone au point de vue propriétés est directement relié au plusieurs paramètres technologiques qui dépendent du matériau à traiter, procédé utilisé et la source et la pression du gaz utilisé.

La nitruration des aciers a pour conséquence la formation d'une couche de combinaison en surface reposant sur une couche de diffusion. Les propriétés d'usage de l'acier traité dépendent fortement de la microstructure de la zone constituée de deux couches précédentes. La microstructure des aciers traités est caractérisée généralement par des examens micrographiques, par diffraction des rayons X et par des tests d'indentation notamment la dureté.

Nous aurons aimé de procéder la caractérisation des échantillons (aciers nitrurés) qu'on a préparé au niveau d'Algal et de faire une étude expérimentale complète mais les vents vont à l'encontre de ce que les navires désirent. La fermeture des laboratoires a empêché la procédure ce qui nous a conduit de compléter cette partie par une recherche bibliographique approfondie permettant d'optimiser certains paramètres technologiques de nitruration qui pourront être utilisés des futures études.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1] J.P. LEBRUN.Traitement Thermique, Vol. 216, (1988),15
- [2] M.A. BEJAR, N. VRANJICAN.Journal of MaterialsTechnology, Vol. 35, (1992), 113.
- [3] S. MAZA. These de Magister Université de Msila (2010)
- [4] N. SAHRAOUI,A. KORAICHE Thèse de MasterUniversité de Msila , (2016).
- [5] A. AZZOUZ, Thèse de Master Université de Msila , (2015).
- [6] B. SILINI, M. ROUBACHE, Thèse de Master Université de Msila , (2018).
- [7] J. KÖLBEL. Tech. Ber. Inst. Ges. FörderungGlimmentladungs – Forsch., (1966).
- [8] J. KÖLBEL. Forschungsber. Landes Nordrhein – Westfalen, (1965), 1555.
- [9] Y. BENARIOUA,Sigma Journal of Engineering and Natural Sciences ; 9, 3, (2018) 313
- [10] M. CONFENTE, M. GANTOIS, H. MICHEL.Härt. Tech. Mitt., Vol. 30, (1975), 86.
- [11] E. METIN, O.T. INAL. Journal of Material Science, Vol. 22 (1987), 2783.
- [12] Y. BENARIOUA, IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1033 (2018)
- [13] A.S.W. KURNY, R.M. MALLYA,.Materials Science and Engineering, Vol. 78, (1986), 95.
- [14] B. EDENHOFER. Heat. Treat. Met., Vol. 2, (1974), 60. Cité dans la référence 4.
- [15] Y. BENARIOUA;Int. J. of Sustainable Water &EnvironmentalSystems 8, No. 1 (2016)
- [16] B. EDENHOFER.Heat. Treat. Met., Vol. 1, (1974), p. 23. Cité dans la référence 4.
- [17] A.J. SOMERS, E.J. MITTEMEIJER.Traitement Thermique, Vol. 270, (1994), 27.
- [18] K.H. JACK.Proceedings of HeatTreatment 73, The Metals Society, (1975), 39.
- [19] Y. ADDA, J. PHILIBERT.Presses Universitaires de France, (1966).
- [20] Y. BENARIOUA, S. MAZA; (PET) Volume 9,; IPCO International Publisher & C.O
- [21] J. CRANK . 2nd Eddition, ClarendonPress Oxford, (1979) ,47.
- [22] Y. BENARIOUA, D. CHICOT & J. LESAGE ; Journal de Physique IV, 124 (2005) 195-199
- [23] C.V. ROBINO, O.T. INAL.Materials Science and Engineering, Vol.59, (1983), 79.
- [24] K. OZBAYSAL,O.T.INAL,A.D. ROMIG.Materials Science and Engineering, 78, (1986), 179.
- [25] S. AISSAT, A. IOST, G. GUILLEMOT, Y. BENARIOUA, M. MECHEMECHE;journal Mécanique & Industries 12,5 ; (2011)

- [26] S. AISSAT, These de Doctorat Université de Mostaganem (2016)
- [27] Y. BENARIOUA; R. BOUBAAYA, J. LESAGE & D. CHICOT; Journal of SCT 227 (2013)
- [28] D.H. JACK, K.H. JACK .Materials Science and Engineering, Vol.11, (1973), 1.
- [29] D. CHICOT, O. BARTIER, M. ZAMPRONI Matériaux et Technique, N° 1-2, (1995), 45.
- [30] R. BARKER, P.K. SMITH. Proceeding of Heat Treatment 73, (1975), 83.
- [31] J. MONGIS, J.P. PEYRE, C. TOURNIER. Traitement Thermique, 178, (1983), pp. 33-43.
- [32] B.J. LIGHTFOOT, D.H. JACK. Proceeding of Heat Treatment 73, London, (1975), 59.
- [33] H.C.F.ROZENDAAL, P.F.COLIJN, E.J. MITTEMEIJER Proceeding Heat Treatment 84, 1984
- [34] R. BOUBAAYA. Thèse de Doctorat, Université de Laghouat, (2016).
- [35] A.M. BRASS, J. CHENE, J.C. PIVIN. Journal of Materials Science, Vol. 24, (1989), 1693.