

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE



ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département de Génie Métallurgique



PROJET DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention de
Diplôme d'Ingénieur d'Etat En Métallurgie

Etudie par :
Mr. A. LAZAR



Proposé et dirigé par :

Mr. M. E. DJEGHLAL (ENP)
Mr. A. BRAHIMI (Université de Blida)

Promotion : juin 2011

ENP; 10 Avenue Hassen Badi - El Harrach, Alger

ملخص:

المعالجات الكيميائية الحرارية تلعب دورا هاما في تحسين حياة الأجزاء المعدنية في ظروف قاسية. في معظم الحالات، استخدام هذه المعالجات تتطلب موارد تقنية ومالية. لذلك، ينبغي النظر في استخدام المعالجات الكيميائية الحرارية في الأفران التقليدية. دراستنا وجهة نحو تحسين خصائص السطح (الصلابة، المتانة طبقة المنتشرة، مدة الحياة) بوصفها وظيفة من الوقت ودرجة الحرارة عن أداة الصلب Z200CDV12، وذلك باستخدام العلاج الكيميائي الحراري borosiliciuration باستخدام معجون يتصرف بناء على درجة الحرارة تصلب.

الكلمات المفتاحية: أداة الصلب، خصائص السطح، الوقت ودرجة الحرارة و borosiliciuration، بورد، طبقة نشرها.

Résumé :

Les traitements thermochimiques jouent un rôle très important dans l'amélioration de la durée de vie des pièces dans des conditions dures.

Dans la plupart des cas, l'utilisation de ces traitements nécessitent des moyens techniques et financiers importants. A cet effet, l'utilisation des traitements thermochimiques dans des fours traditionnels mérite d'être prise en considération.

Notre étude a été orientée vers l'amélioration des caractérisations de surface (la dureté, la durée de vie, couche de diffusion) en fonction de temps et de la température pour un acier à outil Z200CDV12, en utilisant un traitement thermochimique de borosiliciuration à l'aide de pâte agissant à la température de trempe.

Mots clés : acier à outil, caractéristiques de la surface, temps, température, borosiliciuration, boruration, couche de diffusion.

Summary:

The thermo chemical treatments play an important role in improving the life of parts in hard conditions.

In most cases, the use of these treatments requires technical and financial resources. To this end, the use of thermo chemical treatments in conventional ovens should be considered.

Our study was directed towards the improvement of surface characterization (hardness, durability, diffusion layer) as a function of time and temperature for Z200CDV12 tool steel, using a thermo chemical treatment in borosiliciuration using paste acting at the hardening temperature.

Keywords: tool steel, surface characteristics, time, temperature, borosiliciuration, borides, diffusion layer.

Dédicaces

- *Avant tout, à mes parents qui m'ont épaulé tout le long de ma vie, qui ont été un modèle pour moi, et que j'admire et j'aime.*
- *A mes frères, à mes sœurs et à toute la famille LAZAR et la famille AFOUN pour leur soutien moral et leurs conseils.*
- *A tous mes amis chacun à son nom, sur tous mes amis de promo métallurgistes 2011, qui par leur affection exemplaire et leurs conseils ont aplani devant moi les difficultés de la vie et des études ; à tous ceux qui, mus par l'humanisme et l'amour du savoir, ont consacré leur vie à éloigner le spectre terrible de l'ignorance, pour faciliter la vie de l'homme, guérir ses maux ou du moins les soulager ; je dédie humblement mon travail.*

A.LAZAR



Remerciements

Je tiens tout d'abord, à présenter mes remerciements à mes promoteurs Mr M. E. Djeghlal et Mr A. Brahimi pour leur encadrement lucide et leur compréhension, et Mr O. Azouani pour son grand aide.

Que monsieur le président du jury, trouve ici mes remerciements pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury et que les membres du jury trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

Cette liste de remerciements n'est pas exhaustive, que tous ceux avec lesquels j'ai interagi lors de ce travail, sans toutefois les avoir cité, sachent que leur contribution à la réalisation de ce mémoire a été grandement appréciée.

A .LAZAR



Sommaire

Introduction générale	1
------------------------------------	---

Chapitre I : Partie Bibliographique

I.1. Les aciers à outils	2
I-1-1. Critères d'emploi des aciers à outils	2
I-1-2. Éléments d'alliages	3
I-1-3. Diagramme d'équilibre	4
I-1-3-1. Diagramme fer - carbone	4
I-1-3-2. Influence des éléments d'alliage sur les structures d'équilibre	5
I-1-3-2-1. Sur le domaine austénitique	6
I-1-3-2-2. Sur la transformation eutectoïde	7
I-1-3-3. Influence des éléments d'alliage sur la stabilité des aciers à outils	8
I-1-4. Traitement thermique des aciers à outils	8
I-1-4-1. Traitement thermique	8
I-1-4-2. La fragilité au revenu de la martensite	9
I-1-5. Classification des aciers à outils	10
I-1-5-1. Les aciers non alliés pour travail à froid	10
I-1-5-2. Les aciers alliés pour travail à froid	10
I-1-5-3. Les aciers alliés pour travail à chaud	11
I-1-5-4. Les aciers rapides	11
I-2. Généralités sur les traitements thermochimiques	12
I-3. La Nitruration	13
I-3-1 Définition de la nitruration	13
I-3-2 Techniques de nitruration	13
I-3-2-1 La nitruration gazeuse	13
I-3-2-2 La nitruration ionique	16
I-3-2-3 La nitruration liquide	17
I-3-3 Les aciers de nitruration	17
I-3-4 Comparaison entre les différentes techniques de nitruration	18
I-3-5 Avantages et inconvénients de la nitruration	18
I-4. Carbonituration	19
I-4-1. Principe	19
I-4-2. Principaux domaines d'utilisation	20
I-4-3. Formation de la couche carbonitrurée	20
I-5. boruration	21
I-5-1. Définition et but	21
I-5-2. Formation de la couche borurée	21
I-5-2.1. Boruration en milieu solide (avec pâtes)	21
I-5-2.2 Boruration en milieu gazeux	24

I-5-2.3 Boruration dans des poudres	24
A. Bore amorphe et ferrobore	24
B. Carbures de bore	24
I-5-2.4 Boruration en milieu liquide	24
I-5-3. Boruration à composants multiples	24
I-5-4. Caractéristiques de la couche borurée	25
I-5-5. Influence des éléments d'additions	25
I-5-5-1. Le carbone.....	25
I-5-5-2.Le chrome	25
I-5-5-3Le manganèse	26
I-5-5-4.Le nickel	26
I-5-5-5.Le molybdène	26
I-5-6. Application	26
I-6.Boronituration	26
I-7.Cémentation.....	27

Chapitre II: Partie expérimentale

II-1.Introduction	29
II-2. Présentation du matériau	29
II-2-1.La composition chimique	29
II-2-2.Propriétés physiques de l'acier Z200CDV12	29
II-2-3.Propriétés de traitement de l'acier Z200CDV12	30
II-2-4.Dimension des échantillons	30
II-3.La technique de traitement thermochimique (borosiliciuration)	31
II-3-1.Le four a moufle (carbolite CWF 1100)	32
II-4.Préparation métallographique	33
A-L'enrobage	33
B-Pré polissage et polissage de finition	33
C-L'attaque chimique	34
II-5.Observation microscopique	34
II-6.Calcul de l'épaisseur	35
II-7.Caractérisation par la dureté	36
II-7-1.Principe de la méthode	36
II-7-2.La dureté Vickers.....	36
II-7-3Essai de la mesure de la dureté Vickers et appareillage utilisé	37

Chapitre III : Résultats et interprétation

III-1.Introduction	38
III-2.Analyse métallographique	38
III-2-1.Formation des phases borurées	40
III-2-2.Influence de temps de TTC sur l'épaisseur de la couche de diffusion	40
III-2-3. Influence de la température de TTC sur l'épaisseur de la couche de diffusion.....	44
III-2-4. Evolution de la couche de diffusion en fonction de temps et de la température	48

III-3.Analyse de l'épaisseur	49
III-3-1.Profil de l'épaisseur	49
III-3-2.Profil de l'épaisseur en fonction de la racine-carré du temps	51
III-4.L'analyse de la micro dureté	53
III-4-1.Profil de la micro dureté	54
III-4-1-1.L'influence du temps sur la micro dureté	54
III-4-1-2.L'influence de la température sur la micro dureté	55
III-4-2.Interprétation.....	56
Conclusion générale	57
Bibliographie	58

Liste des figures

Figure I-1 : Diagramme d'équilibre métastable ou à cémentite	5
Figure I-2 : Influence du Mo sur l'étendue du domaine de stabilité de la phase gamma.....	6
Figure I-3 : Influence du manganèse sur l'étendue du domaine de stabilité de la phase gamma.....	7
Figure I-4 : Influence des éléments d'alliage sur la teneur en Carbone de l'eutectoïde.....	7
Figure I-5 . Principales étapes d'un traitement thermochimique de diffusion.....	12
Figure I-6 : Evolution du potentiel nitrurant en fonction du taux de dissociation de l'ammoniac d'après l'équation (7).....	16
Figure I-7 : Diagramme d'équilibre actualisé de Lehrer (potentiel nitrurant- inverse de la température).....	16
Figure I-8 : Diagramme d'équilibre FeB.....	23
Figure I-9 : Évolution de la dureté en fonction de la teneur en carbone pour divers taux de martensite.....	28
Figure II-1 : photo réelle des échantillons, et dimensions des échantillons utilisés.....	30
Figure II-2 : La pate bore-silicium.....	31
Figure II-3 : Les conteneurs utilisés pour le traitement thermochimique.....	31
Figure II-4 : L'échantillon de l'acier Z200CDV12 après traitement.....	32
Figure II-5 : conteneurs après traitement.....	32
Figure II-6 : Photographie du microscope optique utilisée.....	34
Figure II-7 : logiciel de traitement d'image IMAGE J	35
Figure II-8 : (a) Essai de dureté Vickers – (b) Micrographie représente l'empreinte de dureté (de l'acier 16NiCr6 cémenté à 930°C pendant 4 h).....	36
Figure III-1 . Structure métallographique de la couche boro-siliciurée à T=1000 °C, t=4 h.....	38
Figure III-2 : Analyse de la diffraction RX de l'acier Z200CDV12 après traitement.....	39
Figure III-3 : micrographie des phases de la couche superficielle borurée (Fe B, Fe ₂ B).....	40

Figure III-4/5/6. Microstructure des échantillons traités successivement à 900 °C pendant 2h, 4h, et 6h.....	41
Figure III-7/8/9. Microstructure des échantillons traités successivement à 950 °C pendant 2h, 4h, et 6h.....	42
Figure III-10/11/12. Microstructure des échantillons traités successivement à 1000 °C pendant 2h, 4h, et 6h.....	43
Figure III-13/14/15. Microstructure des échantillons traités successivement à 900 °C, 950 °C, et 1000 °C pendant 2h.....	45
Figure III-16/17/18. Microstructure des échantillons traités à 900 °C, 950 °C, et 1000 °C pendant 4h.....	46
Figure III-19/20/21. Microstructure des échantillons traités à 900 °C, 950 °C, et 1000 °C pendant 6h.....	47
Figure III-22. Influence du temps de traitement sur l'épaisseur de la couche diffusée.....	49
Figure III-23. Influence de la température de traitement sur l'épaisseur de la couche diffusion.....	50
Figure III-24. L'allure de l'épaisseur en fonction de \sqrt{t} à 900 °C.....	51
Figure III-25. L'allure de l'épaisseur en fonction de \sqrt{t} à 950 °C.....	51
Figure III-26. L'allure de l'épaisseur en fonction de \sqrt{t} à 1000 °C.....	52
Figure III-27. L'évolution de l'épaisseur en fonction de \sqrt{t}	52
Figure III-28. Profil de la micro dureté après traitement à 900 °C.....	54
Figure III-29. Profil de la micro dureté après traitement à 950 °C.....	54
Figure III-30. Profil de la micro dureté après traitement à 1000 °C.....	54
Figure III-31. Profil de la micro dureté après traitement de 2h.....	55
Figure III-32. Profil de la micro dureté après traitement de 4h.....	55
Figure III-33. Profil de la micro dureté après traitement de 6h.....	55
Figure III-34. Photos représentant la fragilité de la phase Fe B.....	56

Liste des tableaux

Tableau I-1 : comparaison entre différents modes de nitruration.....	19
Tableau I-2 : Boruration par la technique des pâtes.	22
Tableau I-3 : Principales caractéristiques des borures FeB et Fe ₂ B.....	23
Tableau II-1 : composition chimique de l'acier Z200CDV12.....	29
Tableau III-1 : l'évolution de la couche de diffusion en fonction du temps et de la Température.....	48
Tableau III-2 : résultat de mesure de la couche diffusée.	49
Tableau III-3 : l'évolution de la couche de diffusion en fonction de temps et de la température.....	51
Tableau III-4 : Variation de la micro dureté à différentes profondeurs.....	53

Chapitre I
Partie
Bibliographique

Introduction générale

De considérables pertes économiques liées à la machinerie et aux équipements industriels, qui sont pour la plupart élaborés à partir des alliages métalliques, sont dues aux problèmes de corrosion, usure et fatigue de contact.

Afin de réduire ces pertes, bon nombre de traitements curatifs et préventifs ont été développés, parmi eux figurent les traitements thermochimiques de surfaces, qui contribuent énormément à l'amélioration des propriétés mécaniques et tribologiques des pièces des équipements travaillant dans des conditions extrêmes.

La cémentation, la nitruration et la carbonitruration sont les traitements les plus utilisés dans ce domaine, mais ces derniers ne peuvent pas régler tous les problèmes posés par les industriels, c'est pour cela que d'autres procédés tels que la boruration ont vu le jour.

La borosiliciuration est un traitement qui confère au matériau traité un excellent comportement tribologique, en plus d'une dureté élevée, et une bonne résistance à la corrosion.

Cette étude a pour but de montrer l'influence de la température et du temps de traitement sur l'épaisseur des couches borurées par le procédé des pâtes.

Le traitement de borosiliciuration en question permet de remédier à de nombreux aléas dans le domaine des aciers à outils, de part sa simplicité d'exécution et le comportement de ces derniers vis-à-vis des sollicitations sévères auxquels ils sont soumis.

Nous avons étudié le comportement de ces aciers borurés d'un point de vue métallurgique et couches traitées afin de voir le comportement de ces dernières sur le plan durcissement de s couches en proche surface.

I.1. Les aciers à outils

Les aciers à outils sont utilisés comme leur nom l'indique, dans les procédés de mise en forme des matériaux au sens le plus large. Il peut s'agir d'opérations d'usinage (tournage, perçage, fraisage...), de mise en forme à froid et à chaud (poinçons, matrices, cylindres de laminoirs), de moulage (alliages légers, alliages de zinc, plastiques renforcés ou non par des fibres), de filage et d'extrusion (alliages légers, plastiques...). Les aciers à outils sont utilisés dans la fabrication d'outils destinés soit à la mise en forme d'autres matériaux, soit au mesurage d'objets. [1]

I-1-1. Critères d'emploi des aciers à outils :

Les propriétés qui sont exigées d'un outil en service dépendent dans une large mesure, de propriétés qui peuvent se caractériser globalement de la manière suivante:

1. La ténacité :

C'est la faculté de résister à des niveaux de contraintes très élevées sans entraîner de rupture brutale, propriété qui doit être accompagnée dans de nombreux cas, par une bonne résistance aux chocs répétés. La ténacité d'un acier à outils traduit l'ensemble de deux propriétés :

- la possibilité de se déformer avant rupture, c'est-à-dire la ductilité.
- la résistance à la déformation plastique

2. la dureté :

Qui exprime la résistance du matériau à l'enfoncement ou à la déformation, propriété qui doit être atteinte soit à la température ambiante, soit le plus souvent à chaud avec des maintiens sous charge souvent prolongés. La dureté est évidemment l'une des propriétés de base des aciers à outils ; elle exprime la résistance du matériau à l'enfoncement ou à la déformation à la température ambiante ou à chaud, pour des sollicitations mécaniques, de courte durée ou au contraire pour des maintiens prolongés sous charge. Cette propriété peut être atteinte par les critères suivants:

- Le niveau de dureté à la température ambiante, mesurée selon les cas en empreinte Vickers ou en empreinte Rockwell ;

3. La résistance à l'usure :

Qui se caractérise par la faculté pour la surface de l'outil, de conserver son état initial le plus longtemps possible sans endommagements en cours de service.

4. La tenue à la corrosion :

Qui traduit la résistance de la surface aux agressions liées à la chimie du milieu environnant, la dégradation de la surface d'un outillage par corrosion résulte de combinaisons d'effets mécaniques et d'effets chimiques interactifs. [2]

I-1-2. Éléments d'alliages

1- Carbone

Il favorise la formation de fer γ . C'est l'élément essentiel non métallique de tous les aciers, il élargit fortement le domaine austénitique grâce à sa réaction avec le chrome, le carbone forme des carbures de chrome ce qui est nuisible envers la corrosion. C'est pour cela que sa teneur est dans la plupart des cas maintenue très basse.

L'augmentation progressive de la teneur en carbone conduit à un abaissement de la température du liquidus et du solidus et par voie de conséquence, à une réduction des domaines de température correspondant à la transformation à chaud et au traitement thermique.

2- Chrome

C'est un élément formateur de fer α . Cet élément alphasène joue un rôle essentiel dans l'augmentation de la trempabilité. Cet élément est utilisé dans la plupart des aciers à outils, en quantité allant de 0,5 à 17 %. Bien qu'ayant un pouvoir carburigène inférieur à celui du Tungstène, et constitue au delà de 10,5 l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables.

3- Molybdène

C'est un élément formateur de fer α . Il améliore la résistance à la corrosion une fois qu'il est en combinaison avec le chrome ; en plus, dans les aciers à outils, cet élément a un comportement analogue à celui du Tungstène; il est très carburigène et se substitue au Tungstène. La vitesse de diffusion de cet élément dans le fer est quatre fois supérieure à celle du Tungstène, ce qui entraîne une moins grande sensibilité de cet élément au phénomène de ségrégation. [3]

4- Vanadium

Il est utilisé essentiellement comme élément générateur de carbures. C'est un élément d'alliage important dans les aciers rapides pour l'obtention d'une bonne dureté à chaud et d'une bonne résistance à l'usure en raison de la présence de particules très dures de carbures de vanadium dont les propriétés tribologiques sont par ailleurs très intéressantes. De petites additions, voisines de 0,2 % en masse, sont très efficaces pour éviter le grossissement du grain lors du traitement thermique.

5- Tungstène

Il a été l'un des éléments d'alliage les plus employés dans le domaine des aciers à outils en raison de son pouvoir carburigène très important.

Le Tungstène ne se met que très peu en solution dans la cémentite, mais donne naissance à des carbures de haute dureté conférant aux aciers une grande résistance à l'usure. Cet élément permet donc aux aciers à outils de résister à l'abrasion. Plus la teneur en Tungstène est élevée, plus la température de fusion de l'alliage est augmentée. Aussi, la température de mise en solution peut-être plus élevée, ce qui laisse une grande liberté dans le choix de la température d'austénitisation.

6- Nickel

Le Nickel, à l'exception de certains aciers d'outillages à chaud, se trouve simplement comme élément résiduel dans les aciers à outils, à des teneurs inférieures à 0,3 %. En raison de son influence directe sur le taux d'austénite résiduelle après trempe, cet élément engendre des difficultés de traitement thermique au revenu dans les aciers à outils chargés en carbone et éléments carburigènes.

7- Cobalt

Il est communément ajouté en quantités variables entre 3 et 15 %, notamment dans les aciers rapides qui travaillent dans des conditions sévères.

I-1-3. Diagramme d'équilibre

I-1-3-1. Diagramme fer - carbone

Le système binaire Fe-C peut subir deux types d'évolution selon que la phase riche en carbone qui se forme est la cémentite (Fe_3C) ou le graphite (C_{gr}). Si la phase riche en carbone formée est Fe_3C , l'évolution du système est décrite dans les conditions d'équilibre par le diagramme métastable ou à cémentite. La **figure I-1** montre le diagramme d'équilibre des phases comme fonction de la température et de leurs teneurs en carbone. Un certain nombre de domaines à l'intérieur desquels sont stables à l'équilibre ; soit une seule phase, soit un mélange de deux phases, l'austénite, la ferrite, et la cémentite.

● L'austénite (γ) est la phase stable à haute température, elle dérive du fer gamma de structure cubique à faces centrées, par insertion d'atomes de carbone entre les atomes de fer, dans les sites octaédriques du réseau .

● La ferrite (α) apparaît au dessous de 900 °C, elle dérive du fer α de structure cubique centré. La solubilité de carbone est très faible. La ferrite est un constituant de faible dureté (80HB), de faible résistance ; mais très ductile et très résistant au choc.

● La cémentite Fe_3C est un composé de dureté élevé; elle est l'une de constituants de la perlite (la perlite est un mélange eutectoïde des aciers). La cémentite se trouve sous forme de lamelle alternée avec celle de la ferrite.

La ligne horizontale correspondant au palier eutectoïde est appelée A1 et la ligne séparent le domaine monophasé est appelé A3 .Au chauffage d'un acier hypoeutectoïde les points de transformations correspondant aux lignes A1 et A3 sont appelés AC1 et AC3 et refroidissement Ar1 et Ar3.

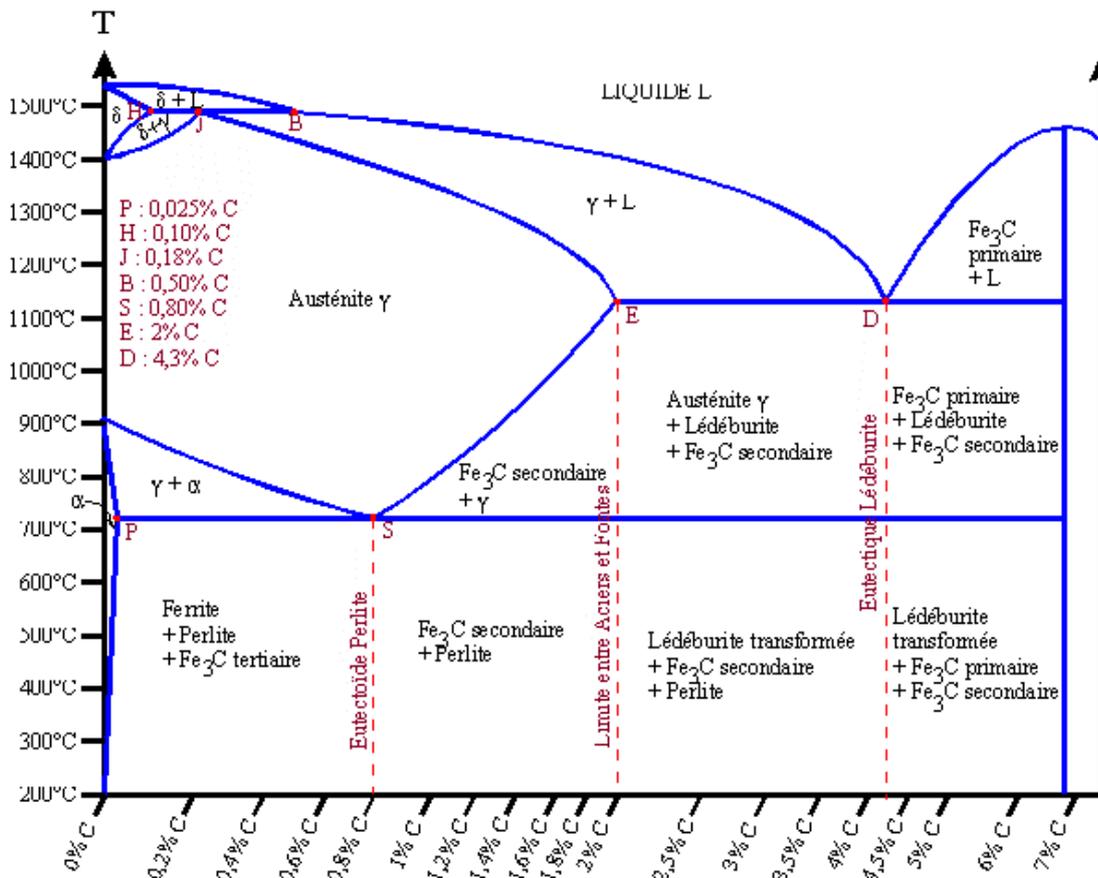


Figure I-1 : Diagramme d'équilibre métastable ou à cémentite. [4]

I-1-3-2. Influence des éléments d'alliage sur les structures d'équilibre

À des teneurs limitées, les éléments d'alliage changent le tracé du diagramme d'équilibre Fe-C en modifiant tout d'abord les domaines respectifs d'existence des phases α et γ et les transformations eutectoïdes.

I-1-3-2-1. Sur le domaine austénitique

A) Les éléments alphagènes

Qui augmentent la surface du domaine dans lequel la phase α est stable et de ce fait, diminuent la surface du domaine de stabilité de la phase γ comme l'illustre en ce qui concerne le molybdène ; la liste des éléments alphagènes comprend presque tous les éléments habituels tels que Si, Al, Cr, Mo, Ti, W ;...

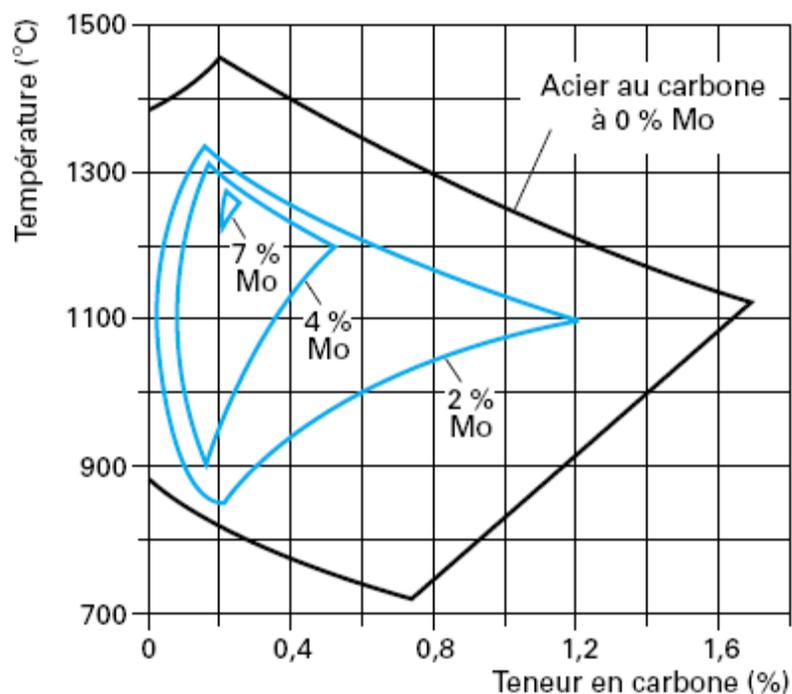


Figure I-2 : Influence du Mo sur l'étendue du domaine de stabilité de la phase gamma [5]

B) les éléments gammagènes :

Qui augmentent la surface du domaine d'existence dans lequel la phase γ est stable. La liste des éléments gammagènes est relativement courte : Ni, Mn et Cu (dont l'action est assez faible).

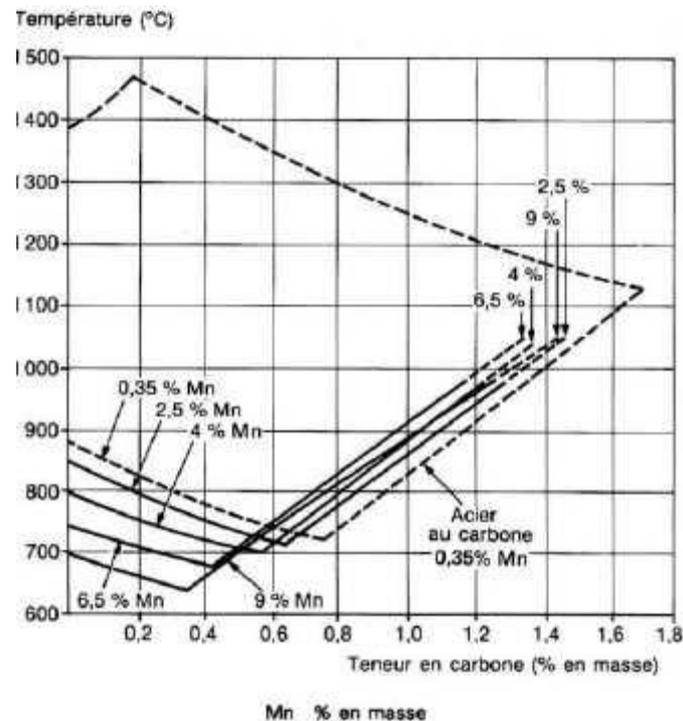


Figure I-3 : Influence du manganèse sur l'étendue du domaine de stabilité de la phase gamma [5]

I-1-3-2-2. Sur la transformation eutectoïde

Les éléments (Cr, Mo, Ni, V.....) abaissent la composition eutectoïde. La température eutectoïde est relevée par l'action des éléments alphagènes (Cr, Mo, V...) et contrairement les éléments gammagènes abaissent la température eutectoïde.

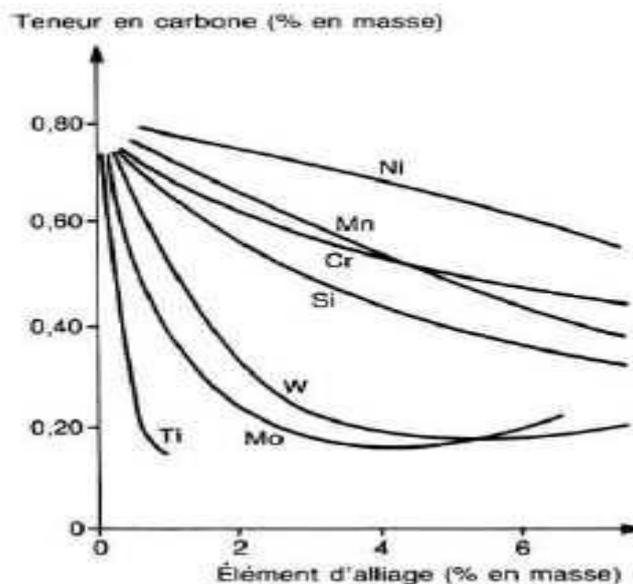


Figure I-4 : Influence des éléments d'alliage sur la teneur en Carbone de l'eutectoïde [5]

I-1-3-2-3. Influence des éléments d'alliage sur la stabilité des aciers à outils

L'addition d'un élément au système Fer-Carbone se traduit par des changements de structure qui peuvent être décrits par l'utilisation des diagrammes ternaires Fe-X-C.

En présence de chrome, quand le pourcentage massique en carbone croît, apparaissent tout d'abord les carbures du type (M₃C) ou cémentite substituée, puis le carbure du type M₇C₃, puis le carbure du type M₂₃C₆ dans lequel l'élément métallique M est constitué par l'ensemble (Fe+Cr). Ces carbures contribuent à la résistance à l'abrasion.

Le Molybdène forme les deux types de carbures : à part sa cémentite alliée (Fe-Mo)₃C : (Mo-Fe)₆C (1500Hv) et M₂C (2000).

Le vanadium permet de générer des carbures de très haute dureté (MC 3000Hv), il est très utilisé avec le chrome, le molybdène et le tungstène à cause de la mauvaise résistance à l'oxydation au delà de 600°C. Ces carbures sont très stables et très fins sous formes de bâtonnets de couleur noire.

Le silicium, avec une teneur voisine de 0.3%, est utilisé comme un désoxydant dans l'acier liquide au stade final de l'élaboration, il permet de diminuer la stabilité des carbures M₂C, ce qui diminue la fragilité de l'acier.

La coupe pseudo binaire (Fe-Cr-C) et (Fe-Mo-C) permettent de définir les carbures stables dans les conditions de composition et de température donnée :

I-1-4. Traitement thermique des aciers à outils

I-1-4-1. Traitement thermique

On désigne sur le nom de « traitement thermique » une opération au cours de laquelle une pièce de métal est tout d'abord portée de la température ordinaire à une température plus élevée, puis maintenue à cette température pendant un certain temps et enfin ramenée à la température ordinaire.

A. L'austénisation

Lors de la montée en température, la structure ferrite – carbures de l'acier à outils se transforme en austénite, avec ou sans carbures selon la composition chimique de l'acier. La formation de l'austénite commence vers 720 °C dans le cas d'un acier à outils non allié, avec ou sans zone intermédiaire Ac1-Ac3 selon la teneur en carbone.

Pour les aciers à outils alliés, la température d'austénitisation est plus élevée car la mise en solution des carbures M₇C₃, M₂₃C₆, M₆C et MC de la structure à l'état recuit est beaucoup

plus difficile. Dans le cadre de traitements thermiques en volume, l'austénitisation comporte deux étapes :

1. un chauffage jusqu'à la température dite température d'austénitisation (et de manière incorrecte température de trempe).
2. un maintien à cette température. [6]

B. Trempe

Tremper un acier, c'est le maintenir à la température ambiante dans un état hors d'équilibre. Ce traitement est destiné à donner à l'acier les qualités, de dureté et de résistance à l'usure.

Pour réaliser une trempe, donc la transformation austénite ~ martensite la vitesse de refroidissement doit être au moins égale à la vitesse de trempe (V_c). Le choix du mode de refroidissement dépend à la fois de la trempabilité de l'acier et de la forme de la pièce. Les modes les plus fréquemment utilisés sont: l'air libre, l'huile, eau ou le vide.

C. Revenu

C'est un traitement thermique qui est effectué sur un produit après durcissement par trempe, ce traitement provoque la formation d'une structure plus proche de l'état d'équilibre physico-chimique celle obtenue lors de la trempe.

Selon sa trempabilité et les conditions de refroidissement utilisées il peut contenir : M (+ A_{res}), B, F + P, c (carbures non dissous) de fractions massiques très diverses.

Le revenu a pour but : le durcissement, l'adoucissement, d'une phase très fragile et la relaxation des contraintes résiduelles après trempe, sans évolution structurale.

Les paramètres qui définissent les conditions d'exécution d'un revenu sont :

- La température de revenu à laquelle est porté l'acier qui est inférieure à AC_1 pour ne pas amorcer la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$
- La durée de maintien jusqu'à la température considérée.
- Un refroidissement jusqu'à la température ambiante. [7]

I-1-4-2. La fragilité au revenu de la martensite

Lors du traitement de revenu après trempe martensitique d'une pièce mécanique, la valeur de la résilience à la température ambiante ne croît pas constamment avec la température de revenu, mais présente une valeur minimale pour une température de revenu se situant généralement entre +200 °C et + 600 °C. Ce phénomène appelé fragilité, au revenu de la martensite est dû à la précipitation de fines particules de cémentite. La troisième phase de la décomposition de la martensite : la première étant la précipitation du carbure ϵ et la deuxième, la transformation de l'austénite résiduelle ; correspond à la formation de la cémentite. Cette troisième phase débute avant que toute l'austénite résiduelle ne soit transformée. La fragilité au revenu se manifeste avec l'apparition des plaquettes de cémentite

qui, précipitant le long des joints de grains, formerait un liseré de ferrite suffisant pour fragiliser le métal. . [6]

I-1-5. Classification des aciers à outils [8]

Le critère déterminant pour l'outil est le maintien de la dureté, de la ténacité et de l'état de surface à la température atteinte dans sa partie active.

Si cette température est relativement basse, par exemple inférieure ou égale à 150 °C, on aura affaire à des aciers de travail à froid ; en revanche, si elle est supérieure à 300 °C, on aura affaire à des aciers de travail à chaud ou à des aciers rapides.

Les nuances d'acier à outils sont rangées selon leur mode de travail en quatre classes :

- Les aciers non alliés pour travail à froid (Classe 1)
- Les aciers alliés pour travail à froid (Classe 2)
- Les aciers alliés pour travail à chaud (Classe 3)
- Les aciers rapides (Classe 4)

I-1-5-1. Les aciers non alliés pour travail à froid (Classe 1)

Ce sont les plus simples puisqu'ils ne contiennent que du fer et du carbone, les autres éléments y étant présents en teneurs résiduelles variables selon les matières premières et le mode d'élaboration utilisé.

Les aciers à outils au carbone sont caractérisés par beaucoup d'insuffisances en raison, soit d'une faible capacité de trempe, soit d'une très grande fragilité qui est due à une grande dureté superficielle qui est donnée par la teneur en carbone, soit encore d'un manque de résistance à l'usure.

I-1-5-2. Les aciers alliés pour travail à froid (classe 2)

Ils sont caractérisés par des niveaux de dureté élevés à la température ambiante (56 et 63HRC), mais par une résistance à l'adoucissement faible ; ils ont des teneurs massiques en carbone élevées (>0,6), mais des teneurs massiques en éléments fortement carburigènes est assez basses.

Les aciers non alliés se révèlent insuffisants pour beaucoup d'emplois en raison, soit d'une faible capacité de trempe, soit d'une très grande fragilité, soit encore d'un manque de résistance à l'usure.

Les additions d'éléments d'alliage vont avoir pour but de remédier à ces insuffisances. Cela nous conduit à diviser les aciers de la classe 2 en cinq groupes :

- les aciers résistant à l'usure ;
- les aciers à très haute résistance à l'usure ;
- les aciers résistant à certaines corrosions ;

- les aciers à haute limite d'élasticité.
- les aciers résistant au choc thermique.

I-1-5-3. Les aciers à outils alliés pour travail à chaud (classe 3)

Ils sont caractérisés par des niveaux de dureté moyens à température ambiante, comprises entre 44 et 55 HRC, ils ont des teneurs massiques en carbone comprises entre 0,3 et 0,6%, avec des aditions plus ou moins importantes d'éléments carburigènes tel que le chrome, le molybdène, le tungstène, et le vanadium et dans certains cas, une addition de cobalt.

En plus, ce sont des aciers qui doivent avoir une résistance à la déformation convenable, donc une dureté et résistance à l'usure élevées. Ces aciers ont une bonne tenue aux différences de températures du choc thermique. Ces aciers doivent avoir également une résistance à la déformation suffisante lors des traitements thermiques,

Les propriétés essentielles que doivent avoir les aciers pour travail à chaud sont de bonnes caractéristiques de traction à chaud compatibles avec une ténacité suffisante, ce qui limite leur teneur en carbone à une valeur inférieure à 0,6 %.

Ces aciers sont répartis d'après la norme NF A 35-590 en cinq groupes :

- les aciers résistant aux chocs mécaniques ;
- les aciers résistant aux chocs thermiques ;
- les aciers résistant à l'usure aux températures élevées ;
- les aciers résistant aux très hautes températures ;
- les aciers résistant à certaines corrosions.

I-1-5-4. Les aciers rapides (classe 4)

Sont caractérisés par une très grande dureté à la température ambiante, supérieure à 60 HRC, et par une très bonne dureté à chaud.

Les aciers rapides sont des aciers avec des pourcentages importants d'éléments d'alliages, tel que (Cr, W, Va, Co...).

Le W et le Mo forment des carbures durs qui ont des propriétés analogues ; c'est pourquoi on peut substituer le Mo au W. Ces deux éléments constituent les éléments d'alliages essentiels.

Le Cr et le Va contribuent à améliorer la dureté et la résistance à l'usure. Le Cr permet d'obtenir le durcissement de la matrice par la trempe et le Va permet d'affiner le grain ; toutefois, son pourcentage ne doit pas être très élevé.

I-2. Généralités sur les traitements thermochimiques

La majorité des pièces mécaniques doivent présenter, indépendamment de leurs caractéristiques mécaniques propres, limite d'élasticité, résistance à la traction, des caractéristiques particulières en surface (résistance élevée à l'usure, condition améliorées de frottement, meilleure tenue à la fatigue...).

Les traitements de surfaces permettent de conditionner le plus économiquement possible une pièce mécanique aux sollicitations de service.

Les traitements de surface sont nombreux : les uns s'effectuent sans apport d'éléments chimiques nouveaux, les autres enrichissent le métal de base par apport d'éléments nouveaux cas de tous les traitements thermochimiques.

On donne le nom de traitement thermochimique à la saturation superficielle de l'acier en tel ou tel élément (carbone, azote, aluminium, chrome, etc.) par sa diffusion à l'état atomique à partir d'un milieu extérieur porté à une température élevée.

Un traitement thermochimique consiste à chauffer une pièce jusqu'à la température donnée dans un milieu solide, liquide, gazeux, qui dégage facilement l'élément de diffusion à l'état atomique, à maintenir cette température, puis à la refroidir.

Des atomes étrangers, formant des solutions solides le plus souvent interstitielles, distordent les réseaux cristallins et augmentent la dureté superficielle en créant des contraintes résiduelles de compression, ce qui améliore la résistance à la corrosion et à l'oxydation.

A la différence d'un traitement thermique, un traitement thermochimique change non seulement la structure de l'acier, mais aussi la composition chimique des couches superficielles, ce qui permet de modifier dans de plus larges limites ses propriétés.

Il existe différents traitements thermochimiques (de diffusion) selon les éléments apportés à la surface du substrat (carbone et azote en particulier). Dans tous les cas, les mécanismes mis en jeu se décomposent en quatre étapes simultanées [9] :

- Transport de la molécule AX vers l'interface interne de la pièce.
- Dissociation de la molécule AX et libération de l'élément A qui s'absorbe sur l'interface externe.
- Diffusion des atomes A dans le substrat (seul les éléments sous forme atomique peuvent diffuser, d'où la nécessité d'une dissociation préalable).
- Eventuellement, diffusion vers l'extérieur d'un élément B du substrat pour former une couche de conversion avec l'élément A adsorbé.

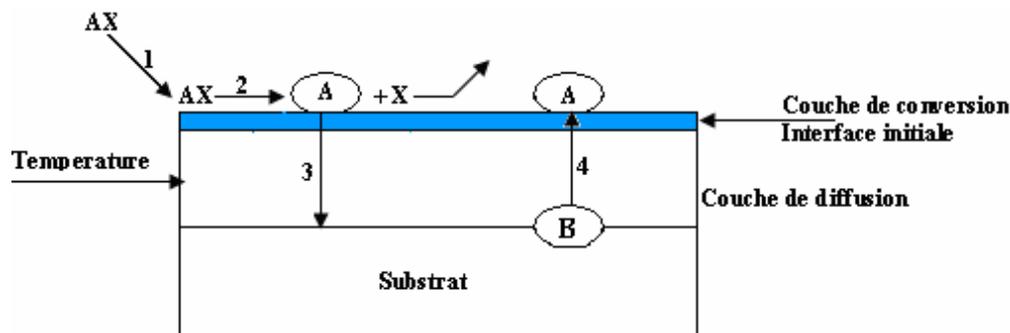


Figure I-5. Principales étapes d'un traitement thermochimique de diffusion.

I-3. LA NITRURATION

I-3-1. Définition de la nitruration

La norme Française NFA 02-010 définit la nitruration comme étant un traitement thermochimique auquel est soumis un produit ferreux pour obtenir un enrichissement superficiel en azote [10].

La nitruration est un traitement de durcissement superficiel par diffusion de l'azote en général sans traitement thermique consécutif [11].

I-3-2. Techniques de nitruration

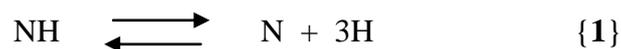
Selon l'agent nitrurant utilisé, on distingue plusieurs techniques de nitruration :

- * Nitruration liquide : bains de sel fondus ;
- * Nitruration solide : poudres ;
- * Nitruration gazeuse : où l'azote est actif à l'état atomique ;
- * Nitruration ionique : où l'azote est à l'état ionique.

I-3-2-1. La nitruration gazeuse

Ce n'est qu'en 1921 que les recherches de A.FRY établirent l'existence de différentes combinaisons Fe-N. En particulier, le nitrure Fe_2N , qui contient 11.10%N, et le nitrure Fe_4N qui contient 5.90%N et une autre solution solide à 0.5% azote[12].

Dans ce procédé, l'azote est produit par la décomposition du gaz d'ammoniac qui constitue l'atmosphère nitrurant selon la réaction suivante :



La température usuelle de nitruration est comprise entre 500°C et 550°C ; elle est inférieure à la température de transformation eutectoïde dans les binaires Fe-N qui est de l'ordre de 590°C.

Une partie de l'azote produit diffuse à la surface de l'acier tandis qu'une partie est désorbée pour reconduire à la formation de la molécule N_2 . La diffusion de l'azote dépend de la concentration locale en azote atomique [13]. La nitruration gazeuse se déroule en général dans un four de type cloche équipé d'un système de convection forcée de l'atmosphère.

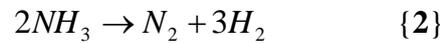
- **Paramètres fondamentaux de la nitruration gazeuse**

On dénombre trois paramètres fondamentaux qui sont :

- Température de nitruration : c'est la température à laquelle est effectué le traitement de nitruration, elle est comprise entre 500 et 570°C.
- Temps de nitruration : c'est la durée de maintien de l'échantillon à traiter dans le four de nitruration.

- Le potentiel nitrurant K_N : grandeur liée au taux de dissociation de l'ammoniac τ_N .

Pour une température donnée et une charge déterminée, le taux de dissociation de l'ammoniac τ_N est fixé par la réaction {2} qui se produit par effet catalytique sur les parois du four et sur les pièces.

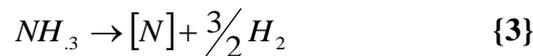


Il est défini comme étant le pourcentage de gaz NH_3 présent dans l'atmosphère à la sortie du four et se calcule à l'aide de la relation suivante :

$$\tau_N = \text{Volume de } NH_3 \text{ non dissocié} / \text{Volume total des gaz usés} \quad (1)$$

Ce paramètre est le plus utilisé industriellement car il représente effectivement la fraction d'ammoniac qui a une action nitrurant sur les pièces.

Le traitement de nitruration peut être considéré de façon globale comme un transfert des atomes d'azote du gaz ammoniac dans le matériau M. Cette réaction peut s'écrire de la façon suivante :



Comme pour toute réaction chimique, la loi d'action de masse permet de formuler l'expression de la constante K de cette réaction telle que :

$$K = \frac{a_N P_{H_2}^{1.5}}{P_{NH_3}} \quad (2)$$

avec a_N : activité de l'azote [N] dans le matériau,
 P_{H_2} : pression partielle du gaz hydrogène dans le four,
 P_{NH_3} : pression partielle du gaz ammoniac dans le four,

En considérant les atomes dans la matrice ferritique comme une solution solide diluée, l'équation (3) permet de calculer la concentration d'azote qui est dissoute dans la matrice.

$$[N] = K \frac{P_{NH_3}}{P^{1.5}H_2} \quad (3)$$

A partir des pressions partielles d'ammoniac et d'hydrogène, il est alors possible de calculer la teneur d'azote en équilibre avec la ferrite à la surface du matériau.

- **Potentiel nitrurant et taux de dissociation**

Nous supposons que le mélange gazeux introduit initialement dans le four contient les fractions molaires des gaz NH_3 et H_2 : $x_{\text{NH}_3}^0$ et $x_{\text{H}_2}^0$, et que l'atmosphère du four est constitué essentiellement par NH_3 , H_2 et N_2 , et que la dissociation thermique de l'ammoniac reste négligeable selon la réaction donnée par l'équation (2) et soit α la fraction molaire du gaz ammoniac transformée en (N_2+H_2) . En partant de la relation donnant la définition du potentiel nitrurant, on parvient à l'équation suivante :

$$K_N = \frac{(1-\alpha)x_{\text{NH}_3}^0(1+\alpha x_{\text{NH}_3}^0)^{0.5}}{(x_{\text{H}_2}^0 + \frac{3}{2}\alpha x_{\text{NH}_3}^0)^{1.5}} P_{tot}^{-0.5} \quad (4)$$

Où P_{tot} étant la pression totale. Si nous introduisons une mole de NH_3 dans le four et $P_{tot}=1\text{atm}$, cette dernière équation se simplifie en :

$$K_N = \frac{(1-\alpha)(1+\alpha)^{0.5}}{(\frac{3}{2}\alpha)^{1.5}} \quad (5)$$

Avec
$$\alpha = \frac{(1-\tau_N)}{(1+\tau_N)} \quad (6)$$

Après substitution de l'équation (6) dans (5), nous aboutissons à l'équation (7):

$$K_N = \frac{\tau_N}{(\frac{3}{4}(1-\tau_N))^{3/2}} \text{atm}^{-1/2} \quad (7)$$

τ_N est donc un paramètre important dans la conduite de l'opération de nitruration. Il est aisément mesuré grâce au fait que l'ammoniac est un gaz très soluble dans l'eau alors que les produits de la réaction ne le sont pas.

D'après la figure I-6, nous remarquons que plus le taux de dissociation est grand, plus le potentiel nitrurant est élevé. Généralement, les taux de dissociation sont compris entre 20 et 70% [13]. Pour réaliser dans le temps le plus court, la profondeur de nitruration souhaitée, il faut optimiser ces trois paramètres.

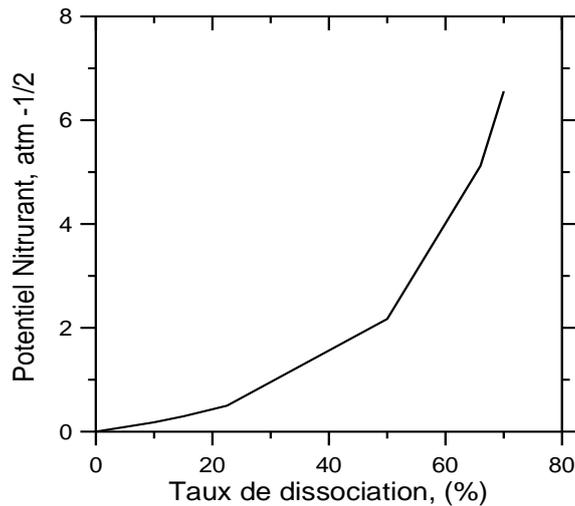


Figure I-6 : Evolution du potentiel nitrurant en fonction du taux de dissociation de l'ammoniac d'après l'équation (7).

La figure I-7 donne le diagramme de Lehrer décrivant les domaines d'existence des nitrures de fer en équilibre avec le gaz N_2 , on voit que pour favoriser l'apparition de la couche ϵ , par exemple, il faut utiliser de hautes pressions du gaz N_2 supérieures à 10^5 atm à 843 K.

Ce diagramme actualisé par Maldzinski [14,15], a été construit en considérant l'équilibre thermodynamique entre le fer et le mélange gazeux NH_3-H_2 . A partir de ce diagramme, il est possible d'obtenir soit l'apparition d'une couche biphasée ($\epsilon+\gamma'$) ou monophasée (γ') par ajustement de la valeur du potentiel nitrurant en relation avec le domaine d'existence de ces phases.

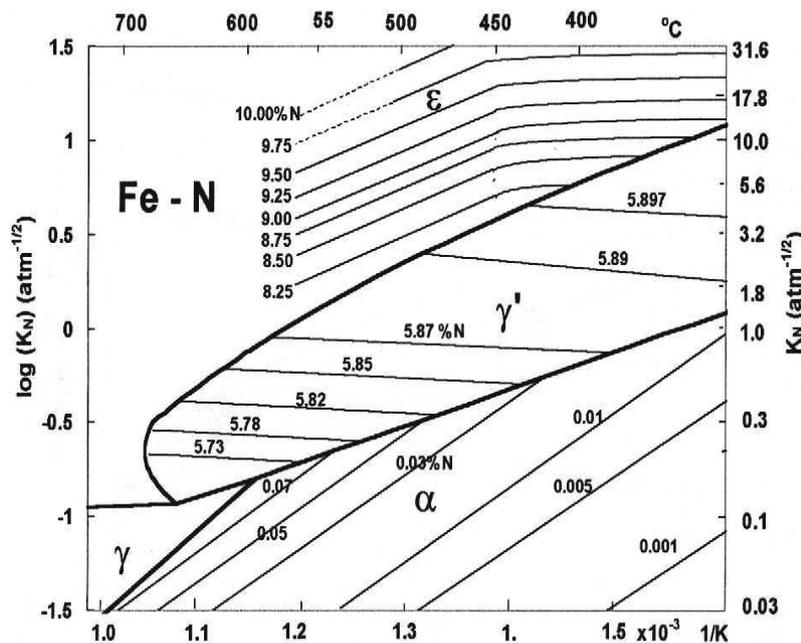


Figure I-7 : Diagramme d'équilibre actualisé de Lehrer (potentiel nitrurant- inverse de la température). [14,15]

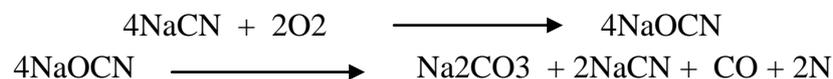
I-3-2-2. Nitruration ionique

Le manque de souplesse, la lenteur des traitements thermo-chimiques et les températures élevées imposées ont orienté les recherches vers un autre type de traitement dérivé dans l'esprit initial, mais plus performant : les traitements thermo-ioniques. Ce sont une application des propriétés de la décharge électrique luminescente qui est obtenue dans un gaz raréfié en deux électrodes ou l'on applique une différence de potentiel [13].

La nitruration ionique permet l'introduction d'azote à partir des ions d'un plasma obtenu par décharge électrique dans un mélange (N_2+NH_3) à faibles pressions voisines de trois torr. La pièce à traiter constitue la cathode tandis que la paroi de l'enceinte constitue l'anode. Le plasma ne se forme qu'au voisinage immédiat de la surface qui est bombardée par un flux uniforme d'ions dont l'énergie peut atteindre plusieurs watts /cm². Cette énergie cinétique des ions se décline en énergie calorifique à la surface de la pièce qui s'échauffe jusqu'à une température que l'on peut contrôler. Il y a simultanément décapage de la surface par pulvérisation cathodique (ce qui la nettoie et lui assure une très grande réactivité chimique) et transfert d'ion d'azote dans le métal.

I-3-2-3. Nitruration liquide

Dans ce type de nitruration, on utilise des bains de sels fondus à 570°C (cyanure alcalin). Applicable aux aciers alliés et aux aciers de nitruration alliés [13]. L'apport d'azote est dû à la décomposition des cyanates formées par oxydation des cyanures :



I-3-3. Aciers de nitruration

Le principe même du durcissement par nitruration permet de penser, a priori, que tous les matériaux pouvant former des nitrures ou des carbonitrures sont susceptibles d'être nitrurés. Toutefois, même si quelques applications intéressantes ont été décrites pour le titane et ses alliages ou plus rarement pour l'aluminium, les nitrurations s'appliquent dans la pratique industrielle, presque exclusivement aux aciers et aux fontes. On peut classer les aciers nitrurables en quatre familles [13]:

- les aciers à outil ;
- les aciers inoxydables ;
- les aciers de construction mécaniques ;
- les aciers frittés.

Un acier de nitruration doit pouvoir satisfaire la condition essentielle suivante : conserver à cœur ses caractéristiques mécaniques initiales (limite élastique, résistance à la traction et la résilience) après le traitement de nitruration.

Le choix portera sur une structure homogène caractérisée par une bonne ténacité de façon à ce que les contraintes de compressions engendrées par la nitruration ne soient pas causes de fragilité [16,17].

I-3-4. Comparaison entre différentes techniques

Les avantages et les inconvénients de différents procédés de nitruration sont illustrés dans le tableau (1)

I-3-5. Avantages et inconvénients de la nitruration

La nitruration, procédé effectué à basses températures, présente les avantages suivants [13, 16, 18] :

- Dureté élevée : le traitement de nitruration confère aux pièces nitrurées une
- dureté en surface élevée pouvant atteindre, selon les nuances d'aciers 850 à 1200HV ;
- Faible déformation des pièces nitrurées ;
- Absence de modification de structure de la pièce ;
- Obtention directe des propriétés d'emploi sans qu'il soit nécessaire, comme c'est le cas pour la cémentation ou la carbonitruration, de réaliser un durcissement subséquent par trempe

Malgré ses qualités évidentes, la nitruration présente aussi des inconvénients comme [19] :

- La durée élevée du traitement pour obtenir des couches nitrurées profondes ;
- La toxicité et le danger des produits employés.

PROCDES	Agents nitrurant	Température (°C)	Temps (heurs)	Avantages	Inconvénients
Nitruration Gazeuse	*ammoniac *ammoniac+gaz	510 à 570	10 à 100	*grandes pièces *simplicité de mise en œuvre *traitement peu onéreux	* traitement long *gaz toxique *consommation du gaz élevée
Nitruration Solide	*cyanamide + ammoniac+gaz	470 à 570	1 à 25	*simplicité *sécurité	*petites pièces *peu mécanisable

Nitruration Ionique	*ammoniac *azote *azote+méthane	350 à 600	0.25 à 40	*faible consommation d'énergie *automatisation possible *bonne maîtrise de la couche superficielle	*matériel traitement onéreux *faible charge de nitruration de pièces a géométrie complexe
Nitruration Liquide	*cyanure *cyanate	570	1 à 5	*traitement court, peu onéreux *simplicité *mise en œuvre facile, économique.	*pollution *peu mécanisable *température de traitement fixe

Tableau I-1 : comparaison entre différents modes de nitruration. [4]

I-4. Carbonitruration

I-4-1. Principe

La carbonitruration est un traitement d'enrichissement superficiel en carbone avec addition d'azote. La diffusion est toujours suivie de traitements thermiques. On distingue deux types suivant la température du traitement [9] :

- La carbonitruration effectuée en phase austénitique, à des températures comprises entre 750 et 880°C. Le durcissement de la couche est obtenu par trempe. C'est le traitement le plus employé.

- La carbonitruration à des températures comprises entre 600 et 710°C. ce procédé est moins utilisé que le précédent.

Bien que diffusant peu à ces températures, l'azote a trois effets essentiels :

- Il accélère la diffusion du carbone.
- Il augmente la stabilité de l'austénite (élément gammagène), abaisse le point de transformation, et abaisse donc la vitesse critique de trempe : ce qui diminue fortement l'amplitude de déformations.

- Il décale les courbes TTT vers la droite et permet la trempe bainitique étagée du cœur pour les aciers alliés. Puis trempe de la couche superficielle en fin de refroidissement (après le maintien isotherme bainitique).

I-4-2. Principaux domaines d'utilisation

Ce traitement est recommandé pour les pièces soumises aux sollicitations suivantes [20] :

- améliore la résistance à la fatigue par flexion - torsion.
- la fatigue superficielle sous charge modérée et à l'usure abrasive.
- La profondeur, fonction de l'usure admissible, doit être au moins deux fois celle du cisaillement maximal. Ce traitement n'est pas spécifique de l'usure adhésive.

I-4-3. Formation de la couche carbonitrurée

La carbonituration peut s'effectuer en milieu liquide ou en milieu gazeux. L'enrichissement en carbone et azote des couches superficielles est le résultat d'une suite de réactions chimiques [20].

- En milieu liquide, les réactions sont les suivantes :
- $2 \text{NaCN} + \text{O}_2 \rightarrow 2 \text{NaNCO}$: oxydation du cyanure de sodium par l'oxygène de l'air.
- $4 \text{NaNCO} \rightarrow \text{Na}_2\text{CO}_3 + 2 \text{NaCN} + \text{CO} + 2(\text{N})$: décomposition du cyanate formé.
- $2 \text{CO} \rightarrow \text{CO}_2 + \text{C}$: réaction de l'oxygène de carbone.
- $4 \text{NaCN} + 3 \text{O}_2 \rightarrow 2 \text{Na}_2\text{CO}_3 + 3(\text{C}) + 4(\text{N})$: réaction globale de carbonituration.
- En atmosphère gazeuse, généralement en présence d'ammoniac, la réaction de la décomposition de ce gaz (NH_3 en N et H₂) s'ajoute à celles de cémentation.

Le phénomène de diffusion est le même qu'en cémentation si ce n'est que le coefficient de diffusion du carbone en présence d'azote est au moins le double.

Lorsque la température augmente, la cémentation devient prépondérante et c'est la nituration qui prédomine lorsque la température diminue.

Au dessous du point de transformation **A_{c1}**, la ferrite saturée en carbone ne peut laisser diffuser le carbone présent dans l'atmosphère carbonitrurante. Par contre, l'azote, du fait de sa grande solubilité dans la ferrite, diffuse facilement.

Lorsque la saturation est atteinte, la phase austénitique se forme si, toutefois, la température n'est pas inférieure à 591°C correspondant à la température de l'eutectique FeN.

La température en azote nécessaire à la naissance de la phase austénitique est d'autant plus faible la teneur en carbone est élevée.

I-5. Boruration

I-5-1. Définition et but

La boruration est un traitement de durcissement superficiel. Elle peut être appliquée aux métaux ferreux et non ferreux [21]. Le procédé consiste à élever la température des pièces à borurer entre 700 et 1000°C, et les maintenir entre 1 et 12 heures en contact avec du bore.

Le bore diffuse sur 20 à 400 microns se combine pour donner du borure de fer.

I-5-2. Formation de la couche borurée

De mise en œuvre semblable à la cémentation en caisse ou à la chromisation, la boruration peut être pratiquée selon divers procédés :

I-5-2-1. Boruration en milieu solide (avec pâtes)

Cette méthode est utilisée pour une boruration partielle et dans le cas des grosses pièces. Très pratique (facile), les pâtes sont étalées sur les pièces par un pinceau ou une spatule, en suite elle est mise dans un four conventionnel ou chauffées par induction.

Pour les parties de la pièce qui ne doivent pas être borurées, elles sont protégées par un dépôt électrolytique de cuivre ou d'autres produits qui empêchent la diffusion du bore et la corrosion à haute température, et permet un durcissement localisé.

Les pâtes se composent d'une substance solide riche en bore (amorphe, ferrobore, carbures de bore), d'un activateur (cryolite ou fluoborates), et d'un diluant inerte (alumine ou carbures de silicium), le tout additionné d'un liant liquide de nature organique (méthyle cellulose ou nitrocellulose dissoute dans l'acétate du butyle).

Cette méthode permet d'obtenir une qualité de la couche borurée satisfaisante, par contre l'état de surface reste à désirée, du fait du collage de la pâte sur la pièce.

Cet inconvénient peut être éliminé en travaillant à des températures plus basses, mais les avantages du chauffage par induction seront perdus car il faut augmenter le temps de chauffage.

Les pâtes de boruration se composent de deux constituants :

- Un constituant solide contenant une source riche en bore (carbure de bore, Ferro bore, bore amorphe), un activateur (cryolite ou fluoborates) est un diluant inerte (alumine ou carbure de silicium).
- Un liant liquide de nature organique (méthyle cellulose ou nitrocellulose dissoute dans l'acétate de butyle).

Les paramètres de boruration usuellement utilisés dans la technique des pâtes sont présentés dans le tableau (2)

Milieu de boruration	Température de boruration (°C)	Temps de boruration (h)	Epaisseur de la couche borurée (µm)	Borures obtenus
50% B ₄ C + 50% Na ₃ AlF ₆ + liant	1200	2-3 min	35-125	FeB + Fe ₂ B
45% B ₄ C + 55% Na ₃ AlF ₆ + liant	950	4	120	FeB + Fe ₂ B
80% (50% Al ₂ O ₃ + 50% B ₄ C) + 20% Na ₃ AlF ₆	800-1050	2-4	30-250	FeB + Fe ₂ B
80% B ₄ C + 20% Na ₃ AlF ₆	800-1050	2-4	30-250	FeB + Fe ₂ B
40-60% B ₄ C + 60-40% NaF	1100	0,15	90-120	FeB + Fe ₂ B
95% B + 5% MgF	950	1,5	85	Fe ₂ B
60% B + 40% Na ₂ B ₄ O ₇ + liant	750-950	0,5-2	15-200	FeB + Fe ₂ B

Tableau I-2 : Boruration par la technique des pâtes.

L'incorporation de bore par diffusion dans les aciers alliés permet d'obtenir des couches de borures du type FeB et Fe₂B dont la dureté se situe entre 1600 et 2100 HV, et dont l'épaisseur peut aller de quelques micromètres dans les aciers rapides à 100 micromètres dans les aciers d'outillage à chaud.

Les éléments d'alliage tels que le chrome, le molybdène, le tungstène, le vanadium, qui réduisent la vitesse de diffusion du bore dans le fer.

- Le borure Fe₂B : c'est un composé chimique formé entre le fer et le bore pour une concentration atomique en bore de 33,33% ce même borure Fe₂B forme avec le fer un eutectique à 1149°C.
- Le borure FeB : Ce composé chimique correspond à une concentration atomique en bore de 50%. Ce deuxième FeB n'est stable que sur une gamme de composition chimique extrêmement étroite.

Propriété	Fe ₂ B	FeB
Température de fusion (°C)	1390	1550
Température de curie (°C)	742	325
Densité (g/cm ³)	6.75	7.43
Coefficient de dilatation thermique (10 ⁻⁶ /°C)	7.85	23
Conductibilité thermique (W/cm°C)	0.2-0.3	0.1-0.2
Résistivité électrique (μΩ cm)	10	20
Module d'élasticité (GPa)	590	285-295
Dureté (Hv)	1800-2000	1900-2100

Tableau I-3 : Principales caractéristiques des borures FeB et Fe₂B.

La figure I-8 représente le diagramme FeB qui reflète les différentes phases existantes lors de la boruration du fer.

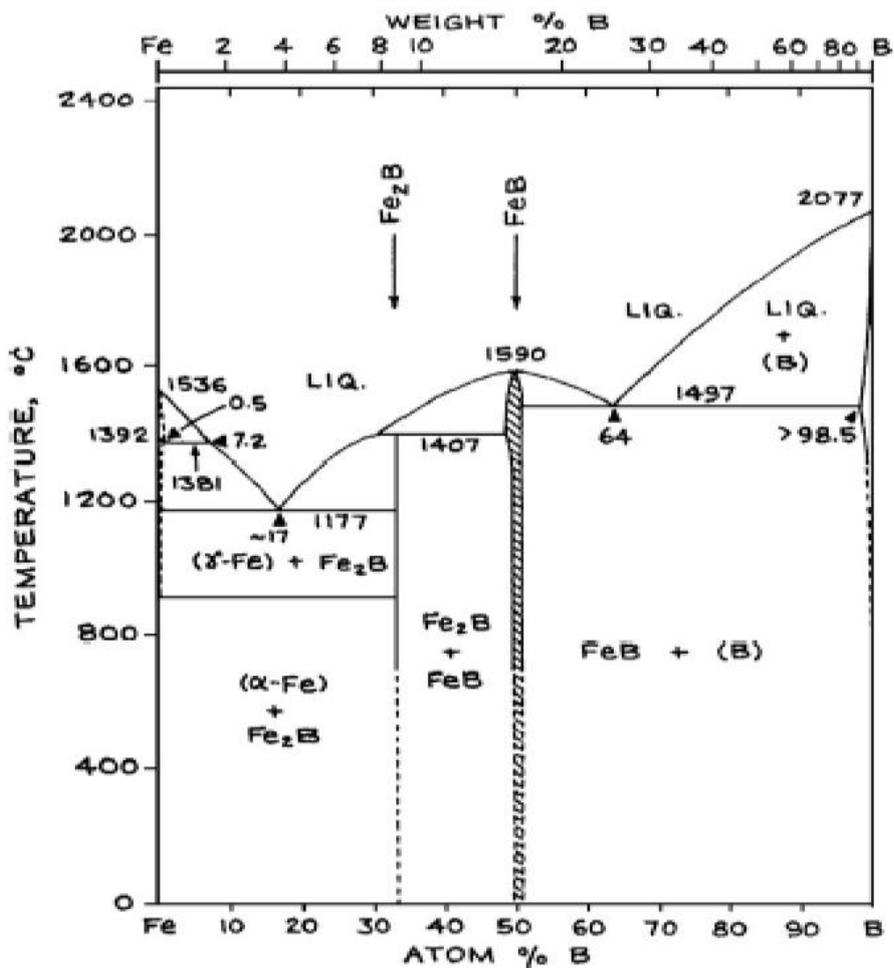


Figure I-8 : Diagramme d'équilibre FeB.

I-5-2-2. Boruration en milieu gazeux

Les gaz apportant le bore sont des halogénures de bore (diborane et le triméthyl). Ils provoquent des corrosions, ce qui diminue la compacité des couches. Le diborane est un produit très toxique et explosif.

Le bore triméthyl engendre une cémentation en même temps qu'une boruration ce qui diminue les caractéristiques mécaniques de la couche borurée obtenue. Ces inconvénients ont conduit à la non utilisation de cette méthode dans le milieu industriel, malgré quelques avantages apportés par elle, tels que : l'inexistence des bains de sels généralement polluants et de l'absence de nettoyage de la pièce après traitement.

I-5-2-3. Boruration dans des poudres :

Les pièces sont placées dans des caisses remplies de poudre et introduites dans des fours à moufle.

A. Bore amorphe et ferrobore :

Une addition du bore ou de ferrobore aux chlorures d'ammonium avec ou sans diluant, le bore amorphe doit être utilisé sous atmosphère d'hydrogène et être exempt de bore cristallisé.

La présence d'aluminium et de silicium dans le ferrobore produit des couches de mauvaises qualités.

L'impossibilité de fabriquer industriellement le ferrobore pur, ainsi que le coût relativement élevé du bore amorphe ont conduit à l'abandon de cette méthode.

B. Carbures de bore :

Le carbure de bore n'est pas cher que le ferrobore ramené à la teneur en bore et sa composition est plus constante dans le temps.

I-5-2-4. Boruration en milieu liquide :

Soit en présence de sels fondus avec électrolyse, le bain étant constitué de borax ; soit en présence de sels fondus sans électrolyse, les sels étant alors constitués de mélanges de carbure de bore et de chlorures ou de chlorures et de fluorures ; soit en solution aqueuse de borax.

I-5-3. Boruration à composants multiples :

Lors de la boruration, l'introduction en surface d'un ou de plusieurs éléments métalliques (chrome, titane, silicium, aluminium, et le vanadium) en plus le bore, permet d'obtenir des couches superficielles ayant une dureté, une tenue à l'usure et une résistance à la corrosion supérieure à celles des couches borurées simples.

En plus du bore on fait diffuser d'autres éléments [1] :

- Le **silicium** améliore la résistance à l'abrasion en milieu aqueux.
- L'**aluminium** protège la couche de borure de l'oxydation.
- Le **vanadium** réduit l'abrasion.
- Le **cuivre** réduit la fragilité de la couche de borures.
- Le **chrome** augmente la résistance à l'usure et à la corrosion.
- Le **titane**, en présence de chrome, augmente la durée de vie des pièces.

On peut utiliser cette méthode dans des sels fondus à base de borax ou dans des poudres auxquelles on incorpore les éléments métalliques voulus.

I-5-4. Caractéristiques de la couche borurée :

Les duretés très élevées atteintes peuvent être obtenues sur tous les aciers, qu'ils alliés ou non [21]. Cependant, sur les aciers très alliés, la couche borurée peut manifester une certaine fragilité avec risque d'écaillage sous l'effet de chocs ou lors de la trempe.

Cette fragilité provient d'une modification dans le développement en profondeur de la zone borurée.

- On obtient une très grande résistance à l'usure par abrasion.
- une bonne résistance à la corrosion.

I-5-5. Influence des éléments d'addition

I-5-5-1. Le carbone

De par sa solubilité négligeable dans les borures, le carbone est rejeté au cœur du substrat lors de la croissance de la couche borurée entraînant la formation d'une sous-couche riche en carbone et en borocarbure $Fe_3(B,C)$ et $Fe_{23}(B,C)_6$ [22].

L'augmentation de la teneur en carbone réduit l'épaisseur de la couche borurée et aplatit les interfaces FeB/Fe_2B et Fe_2B /substrat [23].

I-5-5-2. Le chrome

Cet élément présente une grande affinité pour le bore. Il favorise la phase FeB au détriment du Fe_2B pour des teneurs croissantes en celui-ci. Dans le cas des aciers alliés au chrome, il peut former deux types de borures de chrome (CrB et Cr_2B) [24,25].

Le chrome réduit l'épaisseur des couches borurées, il aplatit l'interface (Fe_2B /substrat) en modifiant ses propriétés [26].

I-5-5-3.Le manganèse

Le manganèse n'affecte pas les couches borurées [25], il se dissout dans Fe_2B plutôt que dans FeB [27].

I-5-5-4.Le nickel

Sa faible solubilité dans les borures entraîne une ségrégation dans les couches sous-jacentes à Fe_2B et il se dissout dans Fe_2B plutôt que dans FeB . Les aciers au nickel présentent des couches borurées à dureté réduite, la chute de dureté n'est pas observée sur les aciers au nickel-chrome, due à la formation des borures complexes : $(Fe, Ni, Cr)B$ et $(Fe, Ni, Cr)_2 B$ [28].

I-5-5-5.Le molybdène

La substitution du molybdène au fer dans les deux borures FeB et Fe_2B entraîne la formation de complexes $(Fe, Mo)B$ et $(Fe, Mo)_2B$. Ces composés entravent la croissance de la couche borurée obtenue, leur dureté est proportionnelle à la teneur en molybdène[29]. La figure I.5 montre l'influence des éléments d'addition sur l'épaisseur de la couche borurée.

I-5-6. Application

Aujourd'hui, la boruration est appliquée dans plusieurs domaines, grâce aux avantages qu'elle offre [30] :

- Moules ou filières à céramiques.
- Eléments de moules de fonderie d'alliage légers et d'alliages de zinc.
- Guides fils.
- Pales de ventilateurs.
- Eléments de conduite pour transport pneumatique des grains ou autre matières pulvérulentes ou pour le transport du béton.

I-6. Boronitruration

Dans une étude précédente, il en ressort plusieurs résultats sur lesquels des études sont basées pour étudier le phénomène de boronitruration et/ou borosiliciuration.

L'analyse des transformations assurant le fonctionnement de la poudre lors de la boronituration à basse température (température de revenu), à l'aide des calculs thermodynamiques des réactions chimiques, il a été étudié la structure, la composition des phases et quelques caractéristiques des couches de diffusion obtenus sur les aciers à outils et les aciers pour travail à chaud.

Ces travaux ont montré que la boronituration à 550°C – 750°C permet la formation d'une couche de dureté élevée sur les aciers à outils, ceci est lié à la présence du Mo, Cr et le V dans ces aciers qui facilitent la formation des phases de haute dureté.

Le changement des paramètres température-temps influe d'une façon remarquable sur la structure et donc sur les caractéristiques des couches obtenues.

La structure et les caractéristiques de la couche de diffusion ne dépendent pas, seulement du régime du traitement thermochimique mais aussi de la composition chimique des aciers traités.

I-7. Cémentation

Le traitement de cémentation est le plus souvent réalisé en atmosphères gazeuses endothermique ou de type azote-méthanol.

Le traitement de cémentation appliqué aux aciers est un traitement thermochimique superficiel d'enrichissement en carbone réalisé en phase austénitique (généralement 900 à 980 °c). Il est destiné à obtenir après refroidissement un durcissement superficiel par trempe.

On sait que le durcissement superficiel d'un alliage fer-carbone par transformation martensitique est directement relié à sa teneur en carbone (figure I-9). La recherche d'une dureté maximale conduit à obtenir des teneurs superficielles en carbone comprises entre 0,7 et 0,9 % de carbone.

Appliquée sur un acier à faible teneur en carbone, la cémentation est un moyen de durcissement superficiel permettant d'assurer une forte mise en précontrainte de compression de la surface et une bonne résistance à l'usure grâce à l'obtention d'une martensite à haute teneur en carbone, tout en garantissant à cœur une bonne ductilité grâce à l'obtention d'une martensite à bas carbone (la transformation du cœur sera, selon la trempabilité de l'alliage et la section de la pièce à traiter, totale ou partielle).

Les profondeurs de diffusion du carbone seront pratiquement limitées à 4 mm pour des raisons économiques évidentes. Les fortes profondeurs seront réservées aux pièces de mécanique lourde, les profondeurs les plus courantes variant de 0,3 à 2,5 mm [13].

Dans le domaine des aciers à outils, relativement chargés en carbone et donc assez fragiles, ces opérations ne sont faites que dans quelques cas tout à fait particuliers (aciers d'outillage à chaud utilisés pour les moules, ou des matrices de forge, aciers d'outillage à

froid résistant aux chocs) pour assurer à la surface de l'outil une très grande résistance à l'usure.

Le traitement de cémentation est le plus souvent réalisé en atmosphères gazeuses endothermique ou de type azote – méthanol qui, après décomposition thermique du méthanol, donnent des compositions proches de celles fournies par les générateurs endothermiques. Plus récemment, deux variantes du procédé de cémentation gazeuse se sont développées ; il s'agit de la cémentation sous pression réduite et de la cémentation par bombardement ionique. Dans les deux cas, les traitements sont effectués à des pressions inférieures à 1000 Pa et le pouvoir carburant de l'atmosphère ou du milieu ionisé dépend exclusivement du transfert de carbone entre réacteur et pièce traitée. Il n'y a pas d'oxydation superficielle, laquelle se traduit habituellement par une chute de dureté près de la surface avec réduction de la résistance à la fatigue thermomécanique. Le bombardement ionique permet d'obtenir, avec des atmosphères contenant essentiellement du propane, une très grande vitesse de transfert du carbone dans les pièces traitées, ce qui entraîne une amélioration des cinétiques de cémentation. La cémentation ionique permet aussi de mieux contrôler l'homogénéité de l'épaisseur de la couche cémentée, ce qui se traduit par une meilleure maîtrise des variations dimensionnelles après le traitement thermique de trempe.

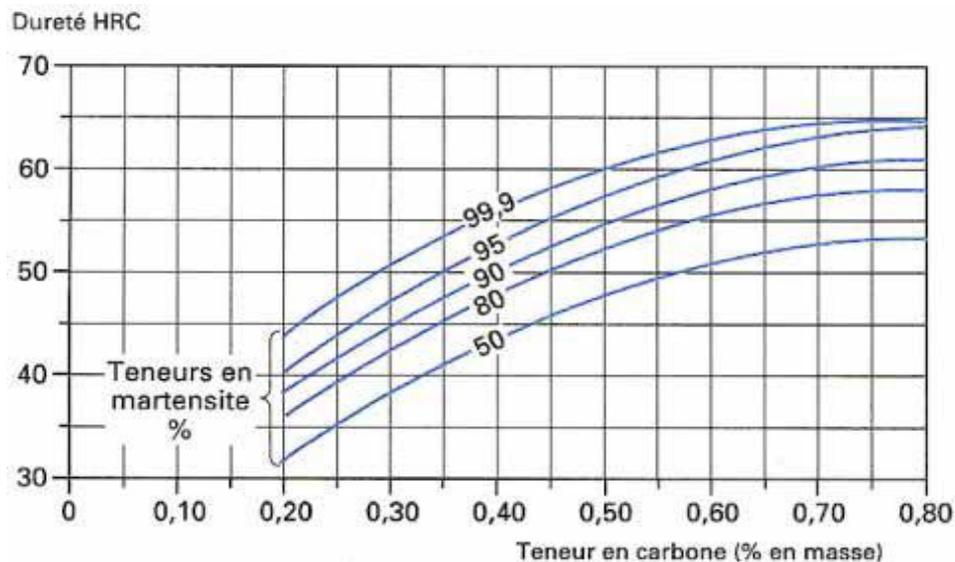


Figure I-9 : Évolution de la dureté en fonction de la teneur en carbone pour divers taux de martensite. [1]

Chapitre II
Partie
Expérimental

II-1. Introduction

L'industrie moderne fait appel, de plus en plus, à des instruments et des outils, ayant de bonnes caractéristiques d'utilisation. Ces instruments fabriqués avec des aciers fortement alliés (matrices et poinçons d'estampage, outils pour le pressage à chaud, outil de coupe rapide etc...), travaillant dans des conditions sévères telles que : phénomène d'usure, variations brusques et importantes de température, contacts avec des milieux agressifs et d'autres conditions d'exploitation. L'amélioration de la durée de vie de ces pièces de machines et d'instruments nécessite, obligatoirement, l'amélioration des caractéristiques de surface, car la dégradation des outils et des pièces mécaniques par fatigue, corrosion, usure, grippage, ..., débute toujours par la surface.

II-2. Présentation de matériaux

II-2-1. La composition chimique

L'acier sujet de notre étude est un acier fortement allié, ayant une grande teneur en carbone (2%), il est très allié au chrome (12%), forme une grande quantité de carbures nettement plus durs que la cémentite. Le chrome donne à l'acier une trempabilité conférant, une très bonne résistance à l'usure et s'usine aussi mal que les aciers rapides.

La composition chimique du matériau de notre étude est représentée sur le tableau ci-dessous :

Z200CDV12	C	Cr	Mn	Si	W	Mo	V	Ni
%	2	12	0,3	0,3	0,05	0,6	0,28	0,18

Tableau II-1 : composition chimique de l'acier Z200CDV12.

II-2-2. Propriétés physiques de l'acier Z200CDV12

Densité: 7,7.

Module d'élasticité : 210 000 MPa.

Conductibilité thermique : 20 W/m/°C.

Coefficient moyen de dilatation en m/m °C :

-entre 20°C et 100°C : $10,5 \times 10^{-6}$.

-entre 20°C et 300°C : $11,0 \times 10^{-6}$.

-entre 20°C et 500°C : $12,0 \times 10^{-6}$.

II-2-3. Propriétés du traitement de l'acier Z200CDV12

Recuit : 800-850°C

Refroidissement lent au four.

Dureté maxi : 250 HB

Recuit de détente : 650°C.

1 à 2h après chauffage à cœur.

Refroidissement dans le four.

Suppression tensions internes.

Trempe : 930-980°C

Maintien après chauffage à cœur

- pour épaisseur < 20mm : 20 mn

- pour épaisseur > 20: 1 mn/mm supplémentaire.

Refroidissement: huile, bain de sels, gaz sous pression (petite section).

Dureté: 63-65 HRC.

Revenu : au-dessus de 525°C selon caractéristiques désirées (immédiatement après trempe).

Voir courbe.

Maintien: pour épaisseur < 20 mm : 1 h ajouter 1h/20mm supplémentaire.

II-2-4. Dimension des échantillons

Les échantillons ont été découpés à l'aide d'une micro tronçonneuse, pour former des pièces cubiques de 10mm de côtés. Les dimensions des échantillons sont définies dans la figure suivante :

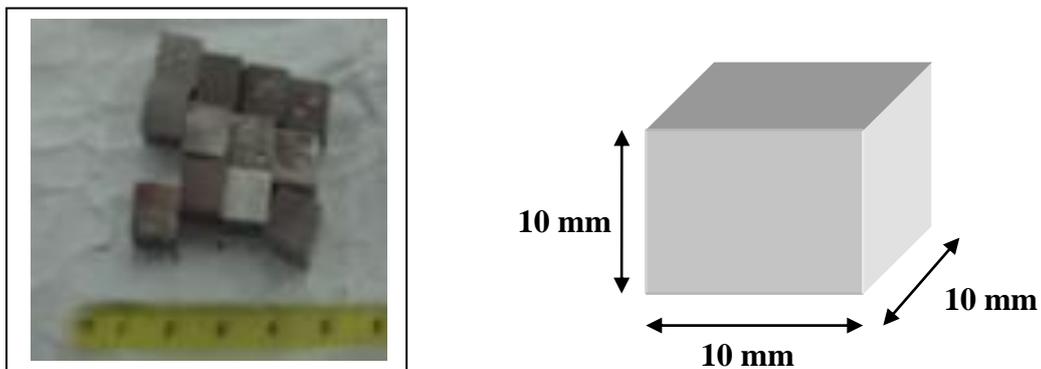


Figure II-1 : photo réelle des échantillons, et dimensions des échantillons utilisés.

II-3. La technique de traitement de borosiliciuration (bore-silicium)

Nous avons orienté notre travail vers des traitements thermochimiques dans le but améliorer d'une façon considérable les caractéristiques de l'acier à outil Z200CDV12, et pour cela nous avons opté pour le procédé de borosiliciuration.

Les pièces (échantillons) sont placées dans des conteneurs qui ont une forme de tube carré en acier et qui ont été conçues et réalisées au sein de mon petit atelier de soudage. Ces conteneurs ont une capacité de presque 0,05 l (50 ml) et contiennent le mélange assurant la borosiliciuration.

Les conteneurs sont bien fermés avec des couvercles en acier (dans les deux côtés de chaque tube), pour éliminer tout échappement des gaz pendant le traitement de borosiliciuration.



Figure II-2 : La pate bore-silicium.



Figure II-3 : Les conteneurs utilisés pour le traitement thermochimique.

Ce traitement thermochimique est effectué en phase solide ; en utilisant une pate élaborée à l'académie de Biélorussie.

Après avoir mis les échantillons dans les conteneurs ; on introduit, pour chaque température, trois conteneurs dans le four.

Les traitements de borosiliciuration se déroulent dans le four comme suit :

- ✓ Le 1^{er} jour : T= 900 °C ; t= 2, 4, 6 h.
- ✓ Le 2^{ème} jour : T=950 °C ; t= 2, 4, 6 h.
- ✓ Le 3^{ème} jour : T=1000 °C ; t=2, 4, 6 h.

II-3-1. Le four à moufle (carbolite CWF 1100)

C'est un four ayant une chambre de forme parallélépipédique de volume 6 litres. Le chauffage est obtenu par effet Joule grâce à une résistance encastrée tout autour de la chambre dont la température maximale atteinte est de 1200°C. Le four est équipé d'un système de régulation assez précis, ainsi que d'une minuterie permettant de réaliser des traitements thermiques en palier : c'est à dire des maintiens à températures constantes pendant des périodes de temps préalablement définies.

Après le traitement de borosiliciuration dans le four, les échantillons sont refroidis à l'air calme, tout en conservant les conteneurs fermés. Après refroidissement les échantillons sont tirés et nettoyés, il faut signaler que le nettoyage des échantillons n'a présenté aucune difficulté.



Figure II-4 : L'échantillon de l'acier Z200CDV12 après traitement.



Figure II-5 : conteneurs après traitement.

II-4. Préparation métallographique

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

- l'enrobage ;
- le polissage ;
- l'attaque révélatrice de la microstructure.

A. L'enrobage

Les échantillons sont enrobés dans une poudre en phénolique chauffée à une température de 194 °C, en appliquant une pression constante sur la résine pendant quelques minutes (2,8 min), ainsi et après refroidissement le tout sera durci.

L'enrobage permet de limiter les effets de bords pendant l'étape de polissage. Le choix d'une résine adaptée à la dureté du matériau à polir rendra possible l'examen de la périphérie de l'échantillon.

B. Pré polissage et polissage de finition

On cherche généralement à observer des détails de l'ordre du micromètre (la limite physique due à la diffraction de la lumière étant d'environ 0,5 μm), il faut donc polir pour que les rayures soient plus petites ; si les détails sont encore plus petits, on peut recourir à un polissage électrolytique.

Le polissage de l'échantillon permettra de révéler la structure de la pièce afin d'optimiser l'étude métallographique.

Le polissage se fait grâce à des papiers abrasifs, sur deux types de polisseuses et il est assuré premièrement par une polisseuse sur la quelle on place du papier abrasif (émeri) de granulométrie successives 120, 180, 240, 400 jusqu'à 1200 et pour éviter l'échauffement l'eau est aspergé régulièrement, deuxièmement le polissage de finition se fait sur celle qui contient un papier feutre en ajoutant une solution qui contient de l'alumine.

C. L'attaque chimique

Dans notre travail on utilise les réactifs chimiques pour révéler la structure. A cet effet, le nital c'est le réactif utilisé, qui est une solution alcoolique d'acide nitrique, 2, 3, 5 %. L'attaque chimique est généralement suivie d'un rinçage à l'eau et d'un séchage à l'air ou à l'aide d'un séchoir.

Cette étape est primordiale car elle permet de différencier la couche borurée du substrat en révélant la structure de l'acier.

II-5. Observation microscopique

Un microscope optique de type OLYMPUS permet l'observation des échantillons, avec un agrandissement qui varie de 50 à 1000x. Ce microscope s'accompagne d'une caméra, reliée à l'écran d'un ordinateur permettant la collecte de photos de la structure observée après avoir choisi la surface à photographier. L'avantage de la microscopie optique, autre sa grande facilité d'utilisation, permet l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.



Figure II-6 : Photographie du microscope optique utilisée.

II-6. Calcul de l'épaisseur

IMAGE.J : est un logiciel libre de traitement et d'analyse d'images. Le J indique que le programme a été écrit en Java, ce qui en fait un logiciel utilisable sur différents systèmes d'exploitation. Image.J permet de dénombrer des particules, de mesurer diverses grandeurs (distances, surfaces), d'extraire les coordonnées des contours.

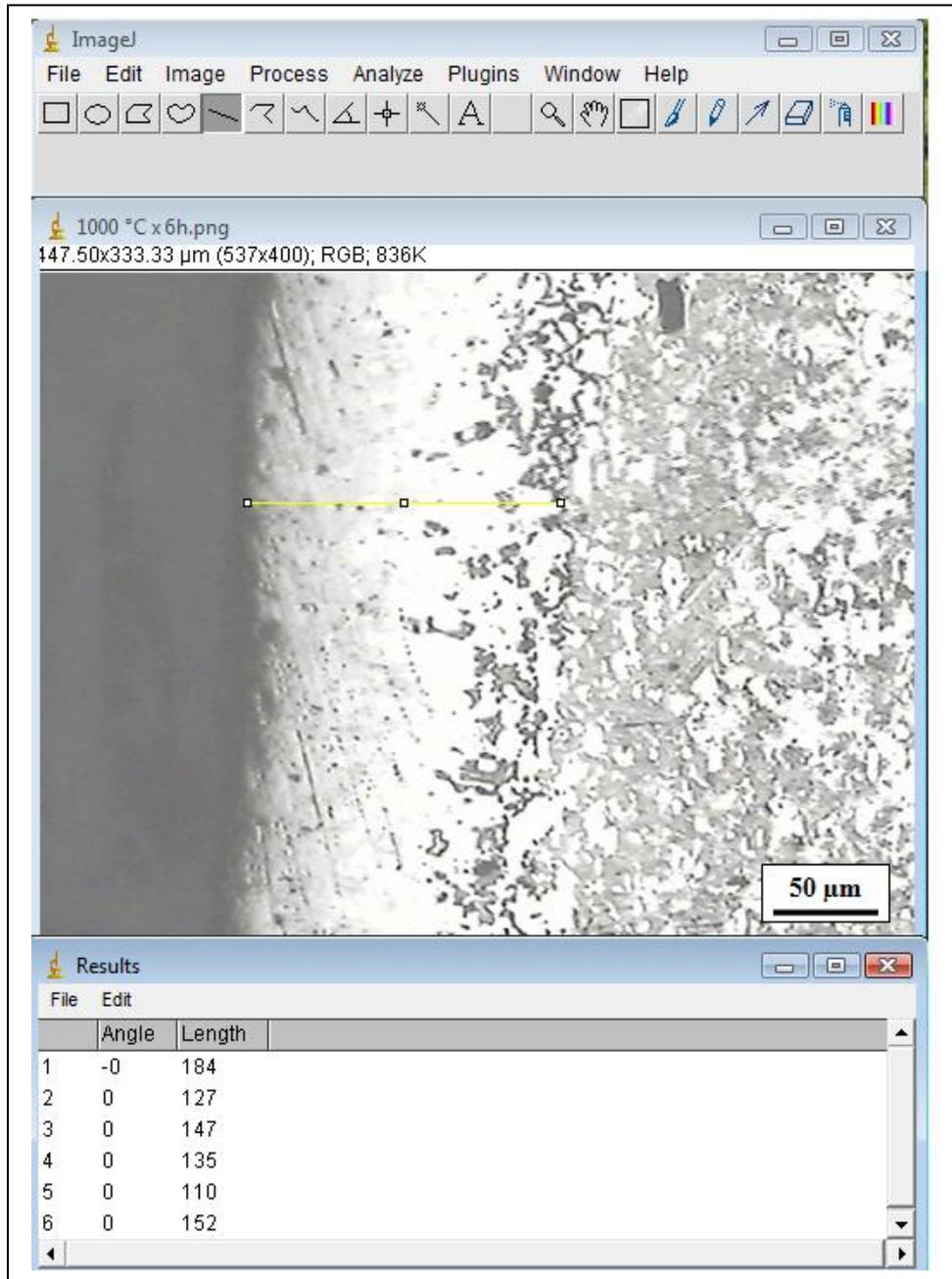


Figure II-7 : logiciel de traitement d'image **IMAGE J**.

On a utilisé ce logiciel pour calculer l'épaisseur de chaque échantillon, et on peut avoir aussi une image en 3D.

II-7. Caractérisation par la dureté

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

Les essais de dureté donnent des renseignements précis quant à la dureté des métaux en surface et à leur structure. Ils sont indispensables pour le contrôle des traitements thermiques.

II-7-1. Principe de la méthode

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

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

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

Où :

P_{\max} : force maximale appliquée par l'indenteur.

A : surface calculée à partir de la mesure de la déformation résiduelle après pénétration.

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

II-7-2. La dureté Vickers

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

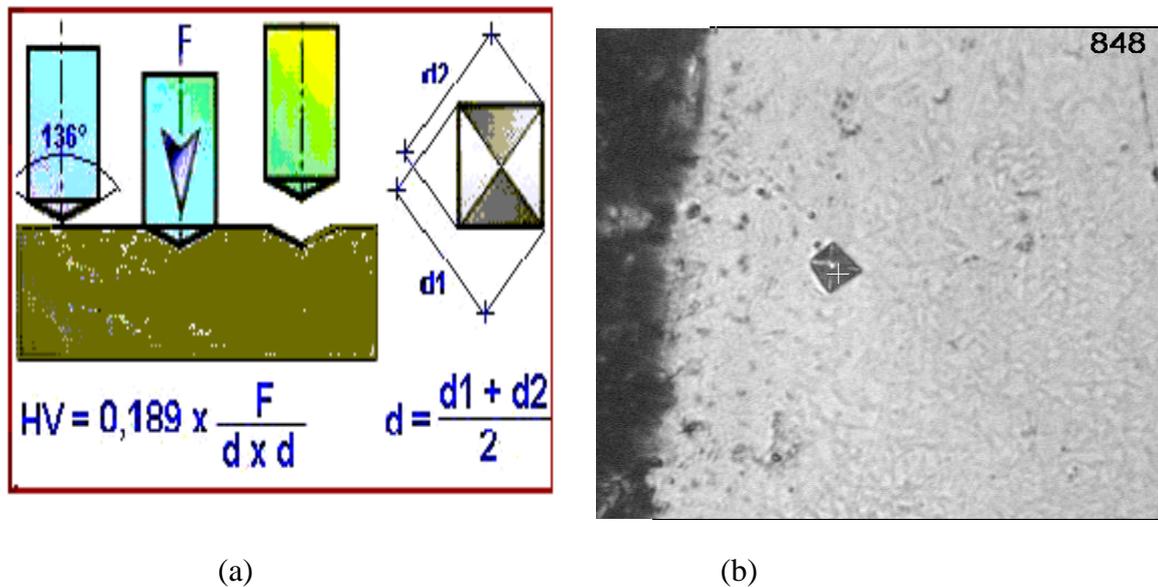


Figure-8 : (a) Essai de dureté Vickers – (b) Micrographie représente l'empreinte de dureté (de l'acier 16NiCr6 cémenté à 930°C pendant 4 h).

II-7-3. Essai de la mesure de la dureté Vickers

Pour réaliser les profils de dureté, tout d'abord les échantillons sont enrobés au moyen de résine, afin de permettre une manipulation plus aisée de l'échantillon et d'assurer la planéité de la surface lors du polissage. Ensuite, on effectue un polissage mécanique avec du papier abrasif en passant vers des grains de plus en plus fins (80, 280, 400, 600, 800, 1200), puis on utilise l'alumine pour éliminer les rayures avant d'effectuer les indentations. Le polissage est également indispensable pour observer les traces dans les essais de micro dureté.

La dureté Vickers a été mesurée sur un appareil de type (Zwisch/Roell indentec) qui est équipé d'un pénétrateur diamant Vickers, pour lequel la mise en charge de 5 secondes est automatisée et la charge appliquée est de 200 g/force. Sur la coupe transversale, les points de mesure ont été choisis de manière à représenter au mieux l'évolution de la dureté, les mesures sont effectuées en partant de la surface le long d'une ligne perpendiculaire à la couche borurée. Entre deux empreintes, il convient de laisser suffisamment de distance, pour éviter que la déformation du métal lors de l'essai précédent ait une influence sur le résultat de l'essai courant (essai en quinconce).

Chapitre III
Partie
Résultats
Et
Interprétations

III-1. Introduction

Notre travail consiste à étudier l'influence des paramètres temps et température sur l'épaisseur de la couche d'acier à outil traité thermo-chimiquement, la structure et quelques caractéristiques de la couche de diffusion après borosiliciuration d'un acier fortement allié Z200CDV12.

Après avoir décrit le procédé d'élaboration (borosiliciuration) et les techniques de caractérisation mises en œuvre, nous allons, dans ce chapitre rendre compte des résultats relatifs à l'étude métallographique, calcul d'épaisseur, et profil de micro dureté.

III-2. Analyse métallographique

La structure de notre acier après traitement thermo-chimique est constituée de deux zones, comme le montre la figure III-1 :

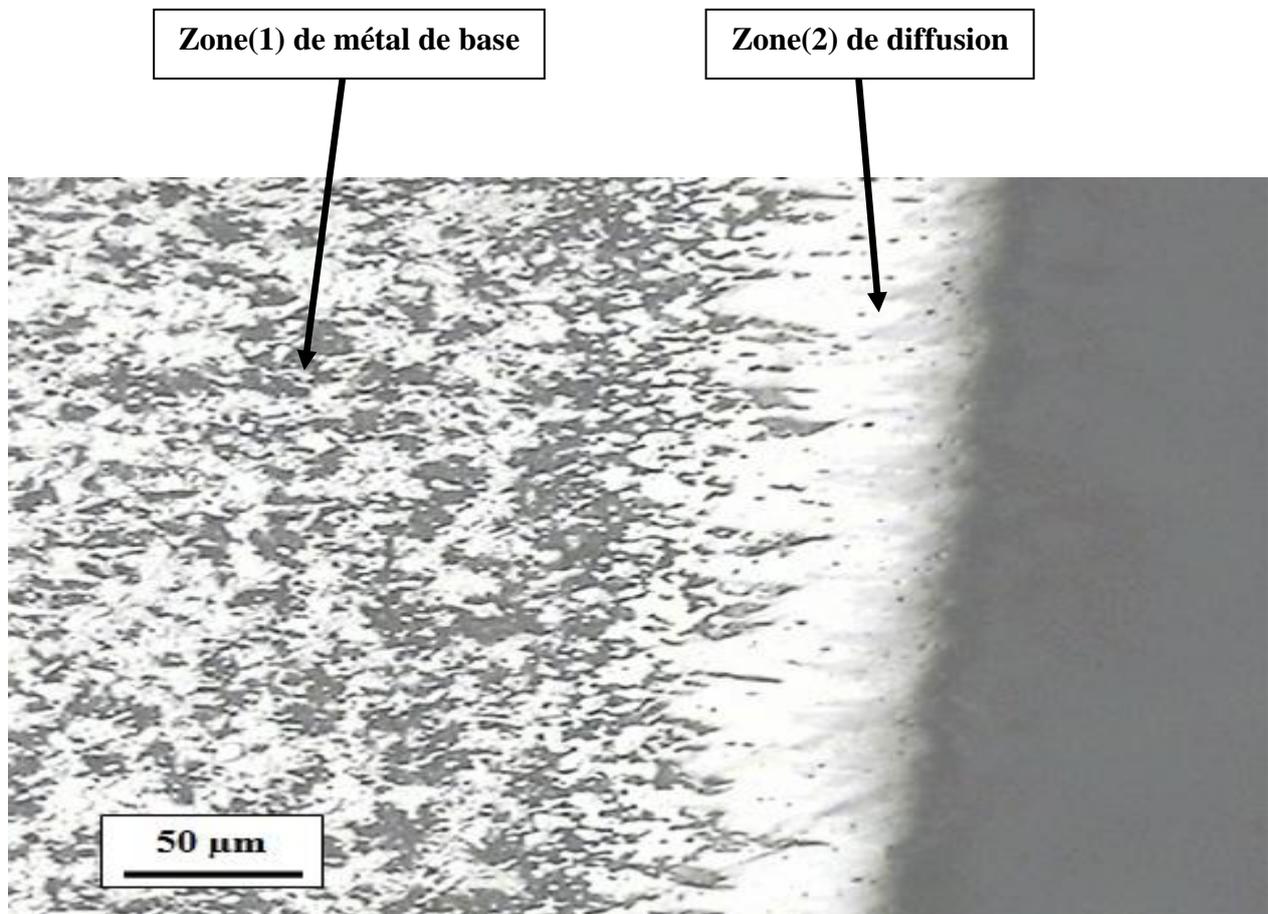


Figure III-1. Structure métallographique de la couche boro-siliciurée à $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t=4\text{ h}$.

Ces deux zones sont :

- Zone (1) : c'est la zone qui représente le métal de base (acier Z200CDV12), ou zone de cœur qui correspond au substrat. On voit très bien qu'il est constitué de ferrite et de carbures (voir la Figure III-2).
- Zone(2) : c'est la zone de diffusion de bore qui apparait blanche remarquable, attaquée par le nital et qui est sous forme des piques non régulière (de différentes longueurs) caractéristique d'une boruration.

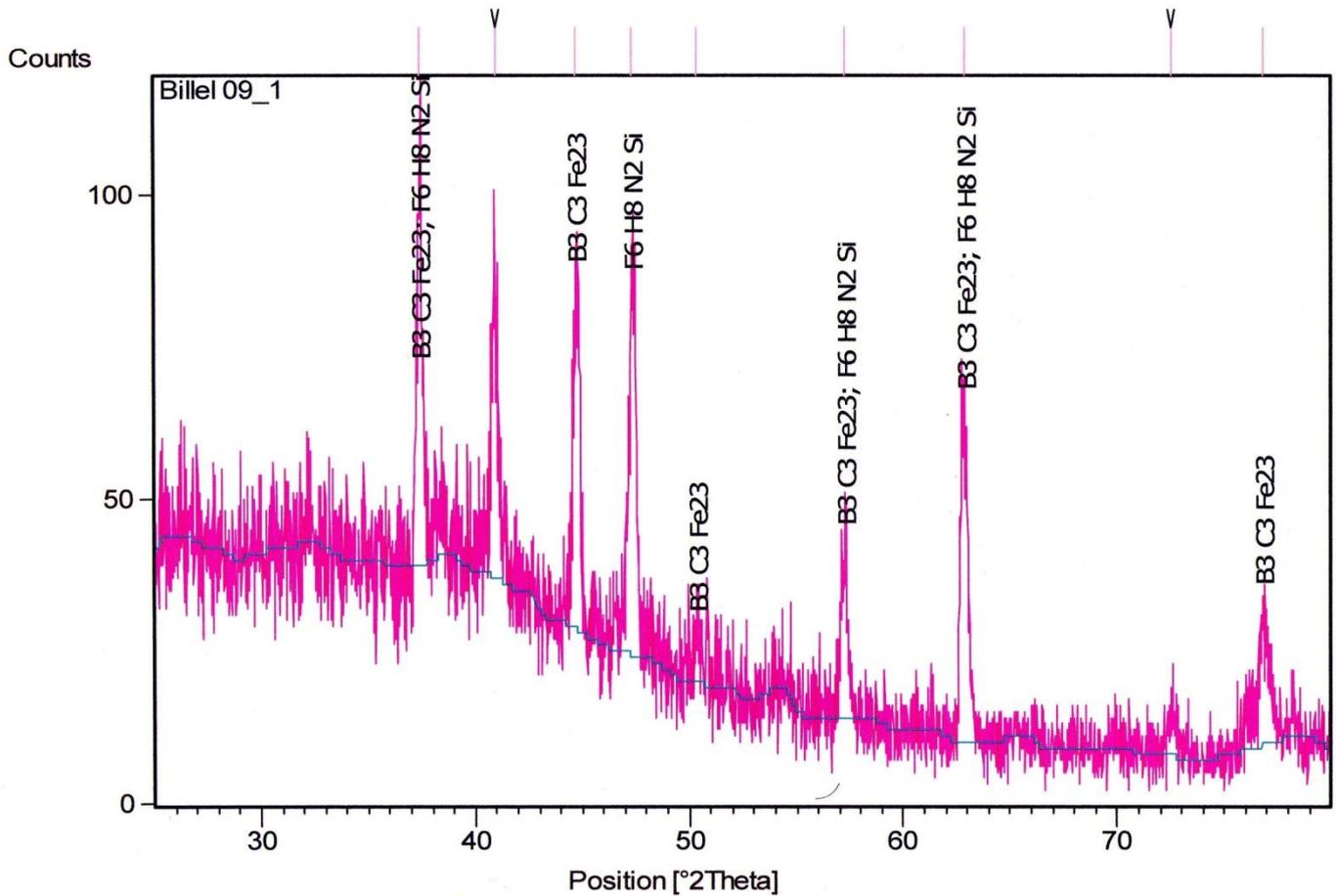


Figure III-2 : Analyse de la diffraction RX de l'acier Z200CDV12 après traitement.

III-2-1. La formation des phases borurées

En plus des phases **Fe B** et **Fe₂ B** qui sont apparentes sur la couche superficielle (**Figure III-3**) (on peut les voir à l'aide d'un microscope optique et une solution d'attaque chimique destiné à la détermination des phases borurées), l'analyse par diffraction des RX de cette couche montre qu'il y a présence de la phase **Fe Si** (Figure III-2).

La phase **Fe Si** est nettement apparente sur les micrographies après une attaque chimique colorante (spécifique).

Le silicium qui diffuse en même temps que le bore influe d'une façon remarquable sur la structure, l'épaisseur et donc sur les caractéristiques de la couche de diffusion.

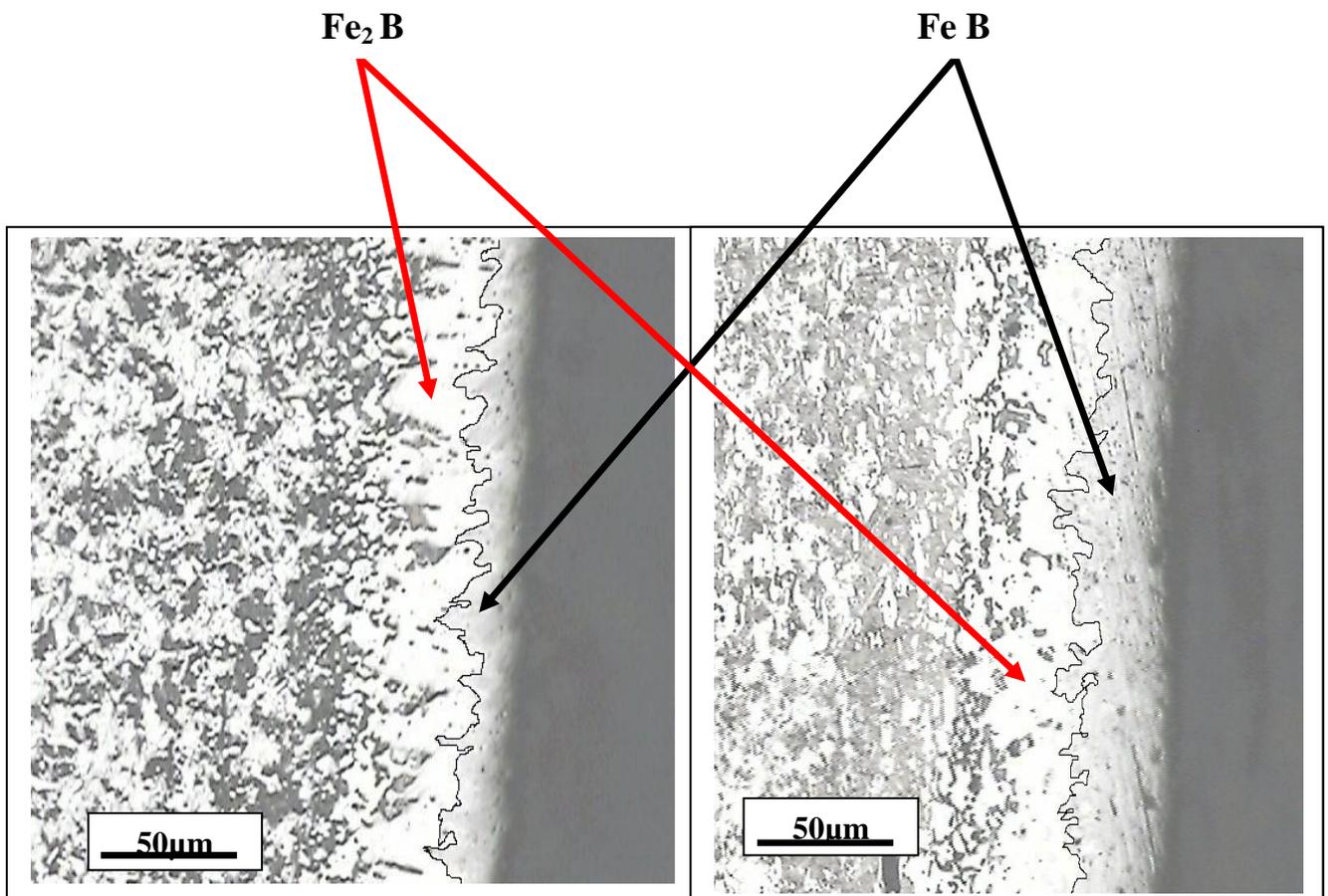


Figure III-3 : micrographie des phases de la couche superficielle borurée (Fe B, Fe₂ B).

III-2-2. Influence du temps de traitement t sur l'épaisseur de la couche diffusée

L'observation microscopique du traitement thermo-chimique de l'acier Z200CDV12 à des températures de 900, 950, 1000 °C et pendant 2, 4, 6 h pour chaque température a donné les figures III-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, et 12 suivantes :

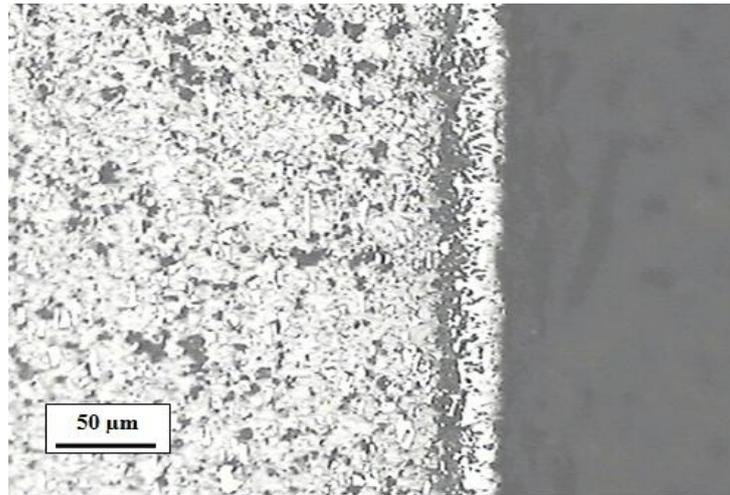


Figure III-4. Microstructure de l'échantillon traité à 900 °C pendant 2h.

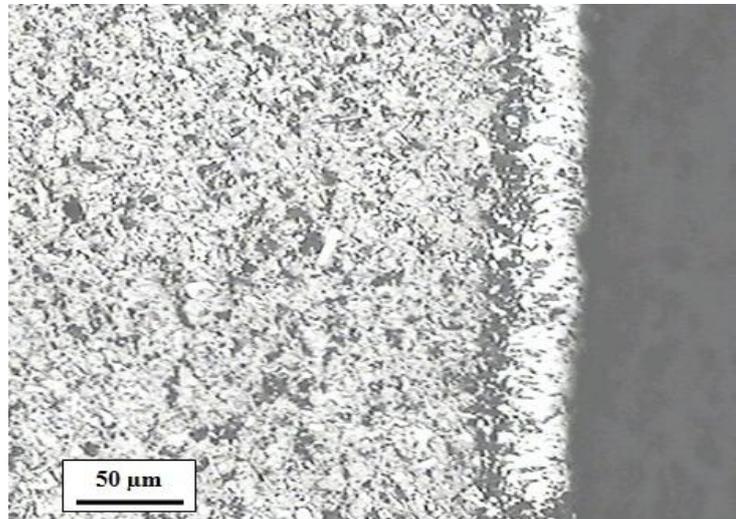


Figure III-5. Microstructure de l'échantillon traité à 900 °C pendant 4h.

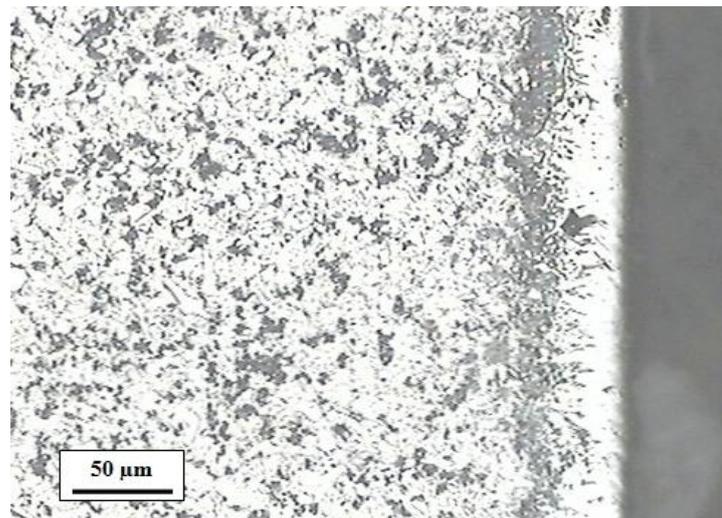


Figure III-6. Microstructure de l'échantillon traité à 900 °C pendant 6h.

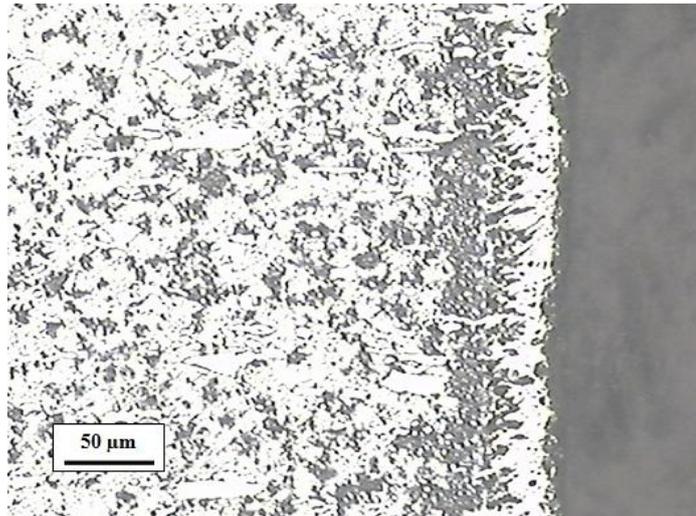


Figure III-7. Microstructure de l'échantillon traité à 950 °C pendant 2h.

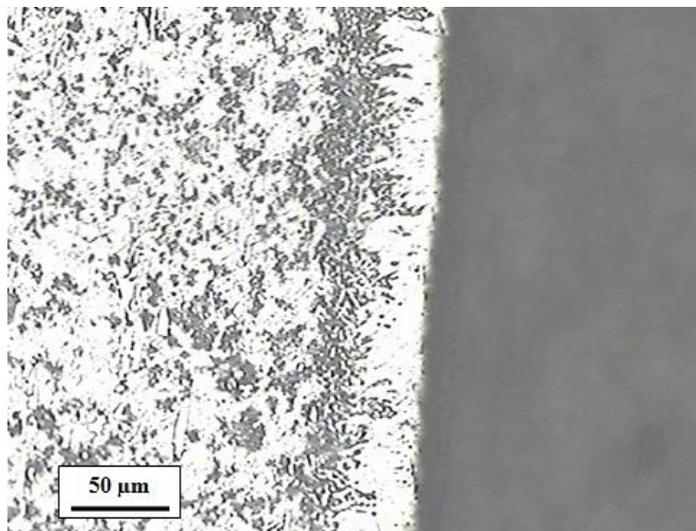


Figure III-8. Microstructure de l'échantillon traité à 950 °C pendant 4h.

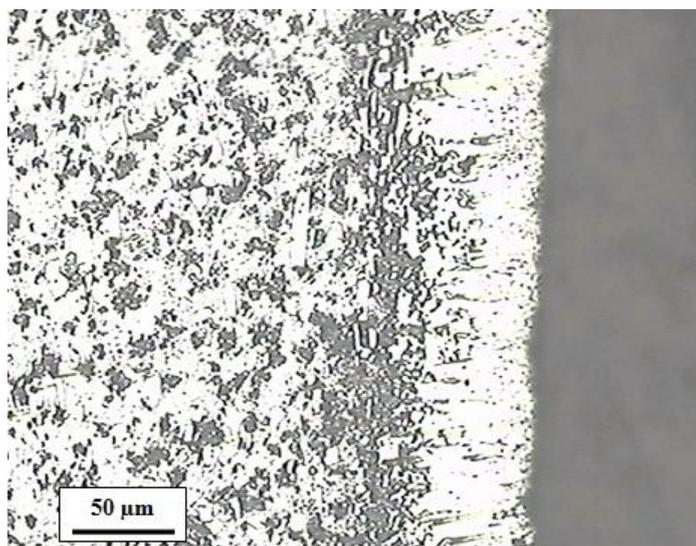


Figure III-9. Microstructure de l'échantillon traité à 950 °C pendant 6h.

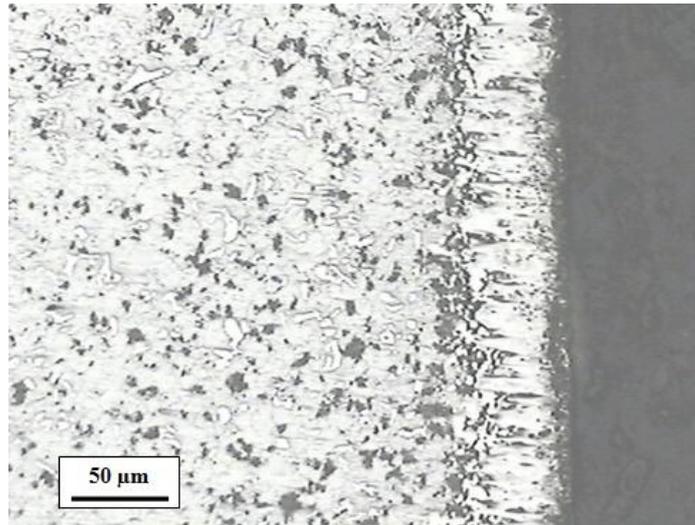


Figure III-10. Microstructure de l'échantillon traité à 1000 °C pendant 2h.

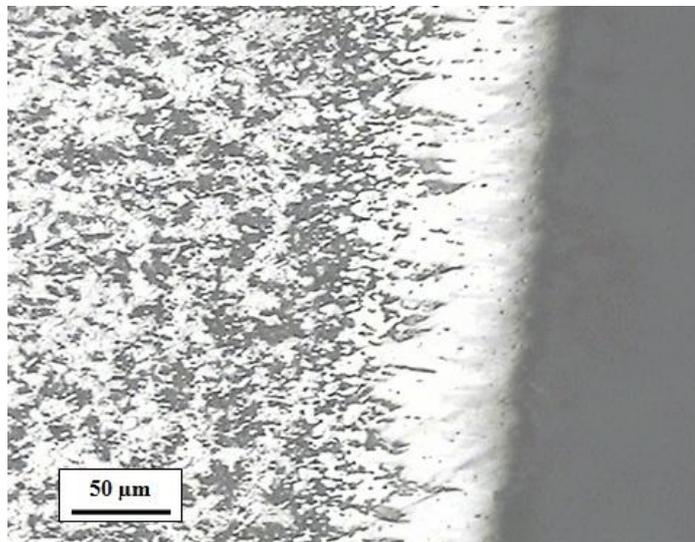


Figure III-11. Microstructure de l'échantillon traité à 1000 °C pendant 4h.

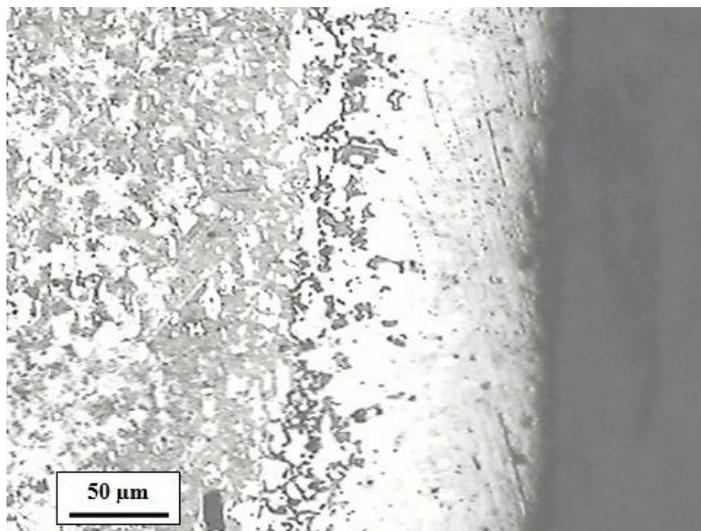


Figure III-12. Microstructure de l'échantillon traité à 1000 °C pendant 6h.

D'après les figures précédentes (figures III-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 et 12), on voit très bien que la couche de diffusion du bore augmente en augmentant la durée de traitement (avec un pas de 2h, c à d : 2h, 4h, 6h) à une même température.

III-2-3. Influence de la température de Traitement sur l'épaisseur de la couche diffusée

En augmentant la température du traitement thermochimique pour un même temps de maintien (c à d : 900, 950, 1000 °C pour 2h par exemple), l'épaisseur de la couche de diffusion du bore augmente d'une façon remarquable et préalable par rapport à l'augmentation de cette couche en augmentant la durée du traitement en une même température.

Les figures III-13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20 et 21 nous montrent cette évolution de la couche de diffusion.

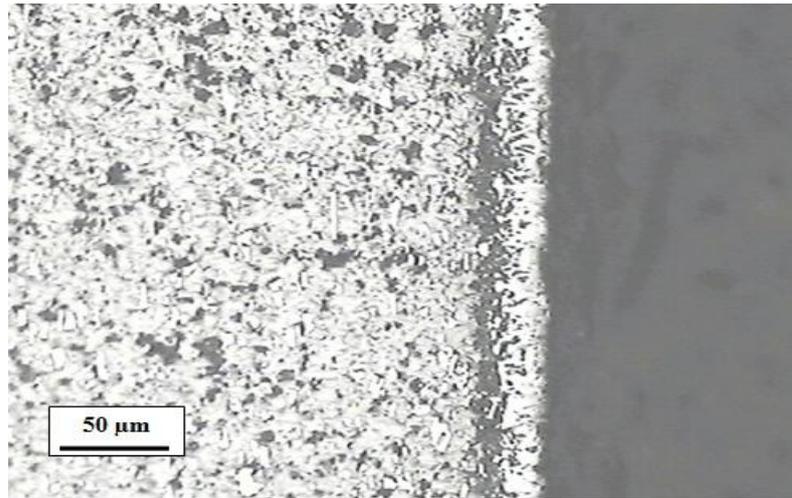


Figure III-13. Microstructure de l'échantillon traité à 900 °C pendant 2h.

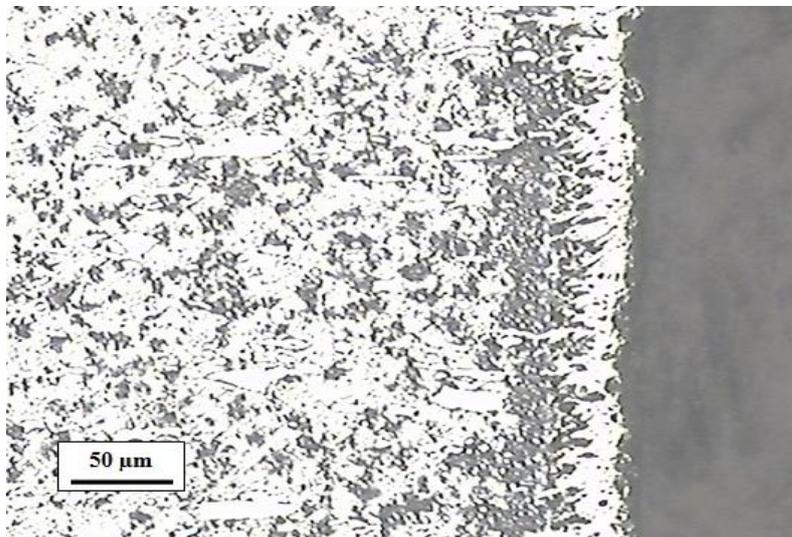


Figure III-14. Microstructure de l'échantillon traité à 950 °C pendant 2h.

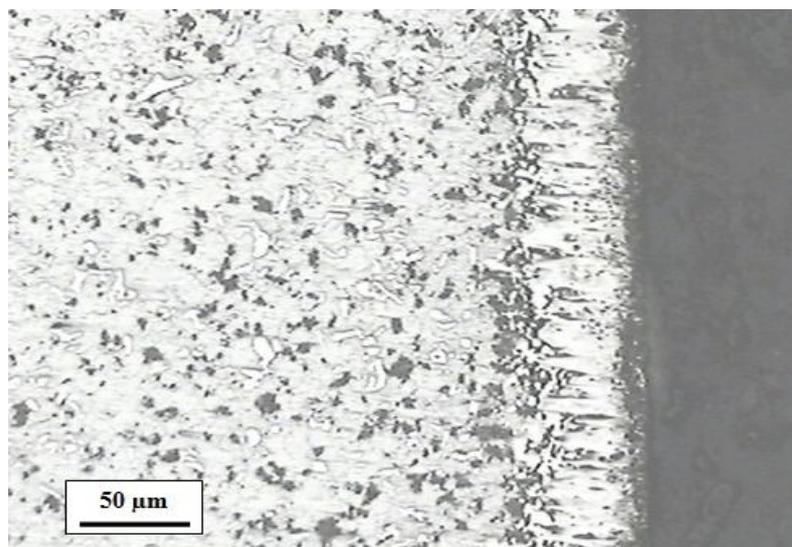


Figure III-15. Microstructure de l'échantillon traité à 1000 °C pendant 2h.

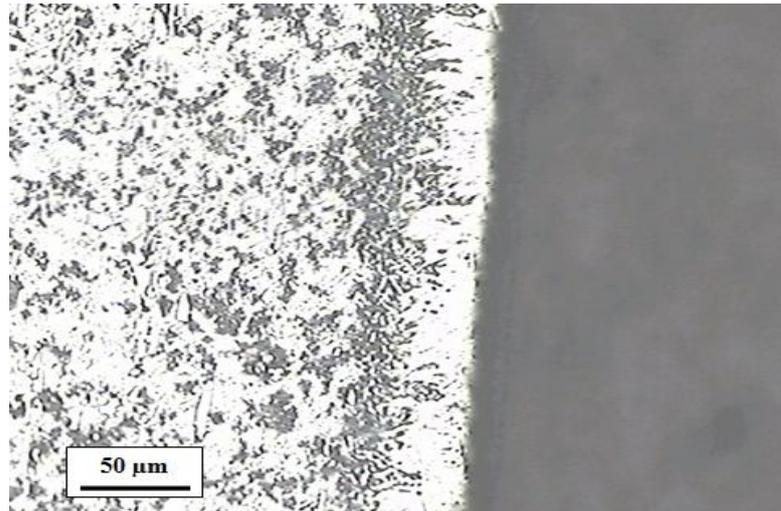


Figure III-16. Microstructure de l'échantillon traité à 900 °C pendant 4h.

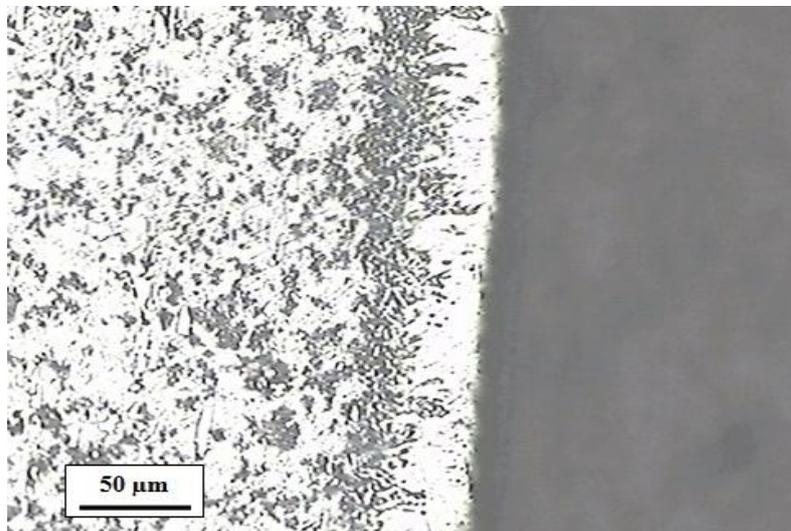


Figure III-17. Microstructure de l'échantillon traité à 950 °C pendant 4h.

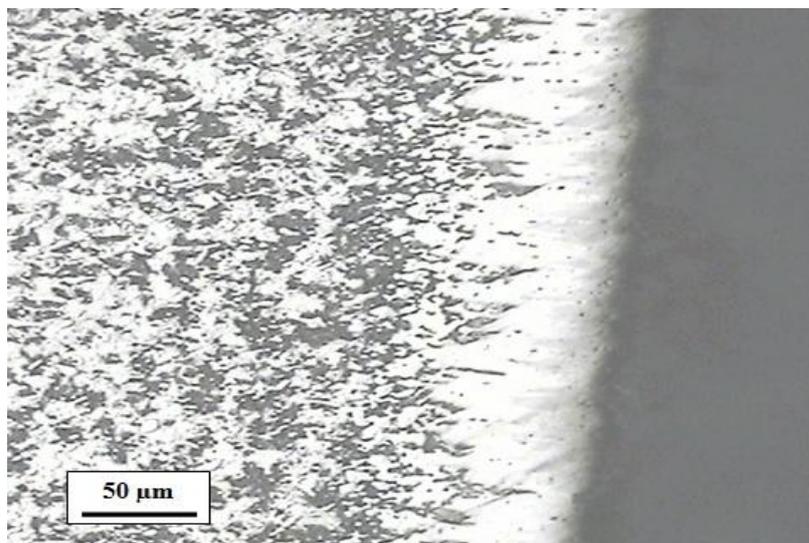


Figure III-18. Microstructure de l'échantillon traité à 1000 °C pendant 4h.

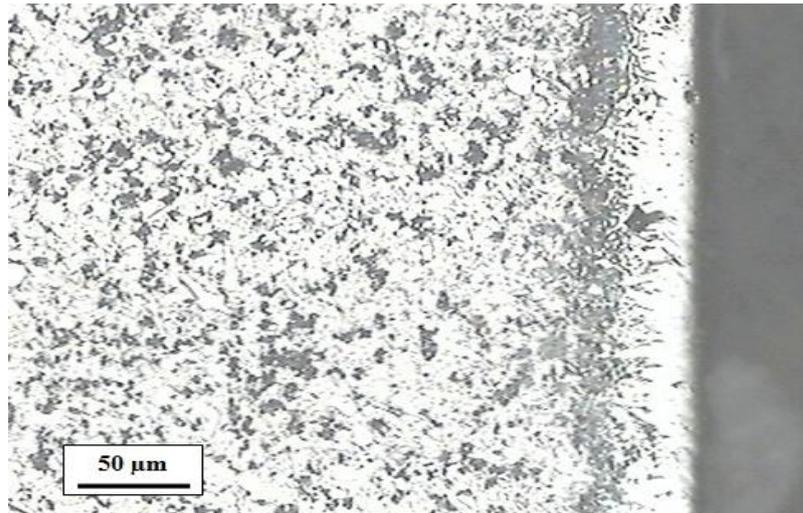


Figure III-19. Microstructure de l'échantillon traité à 900 °C pendant 6h.

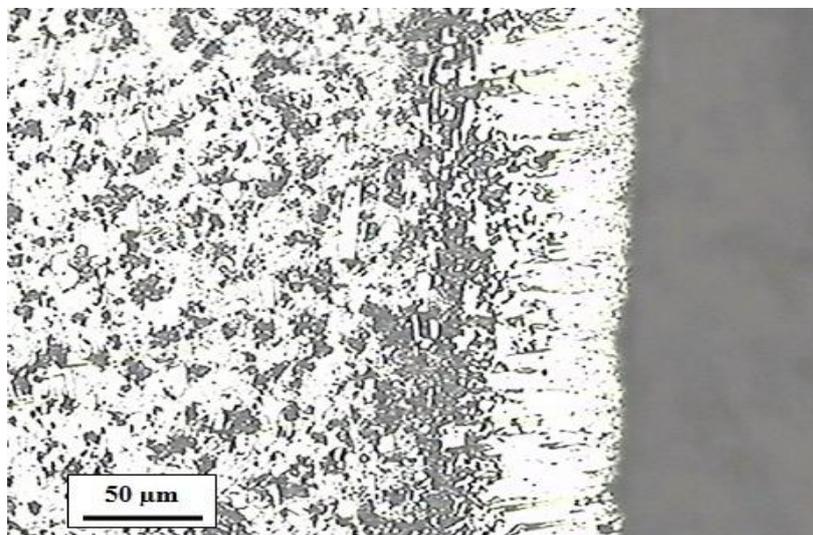


Figure III-20. Microstructure de l'échantillon traité à 950 °C pendant 6h.

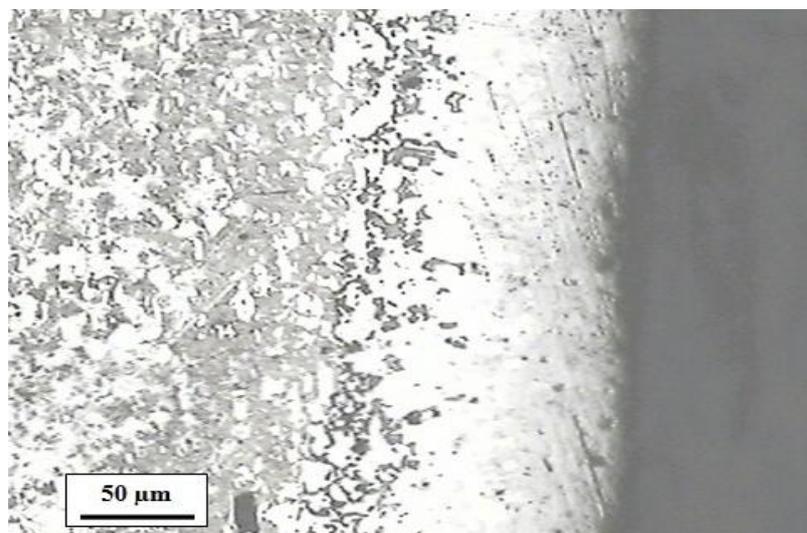


Figure III-21. Microstructure de l'échantillon traité à 1000 °C pendant 6h.

III-2-4. Evolution de la couche de diffusion en fonction du temps et de la température.

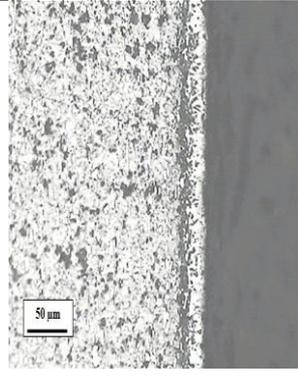
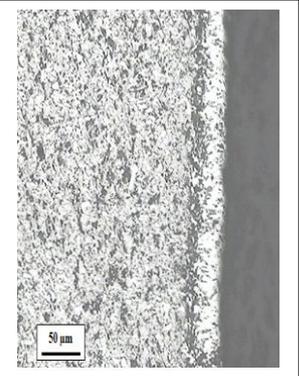
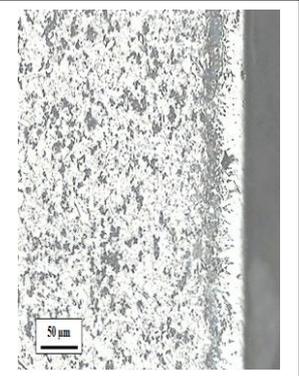
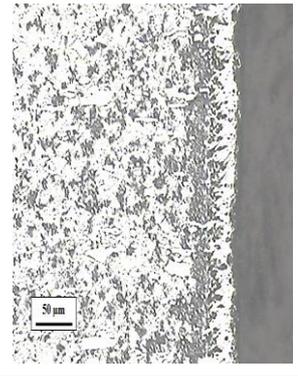
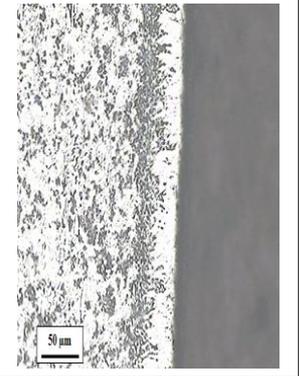
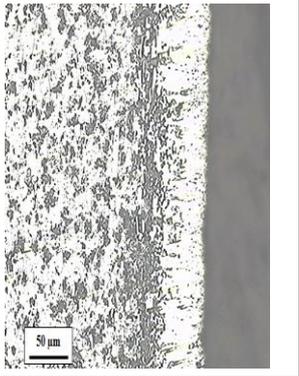
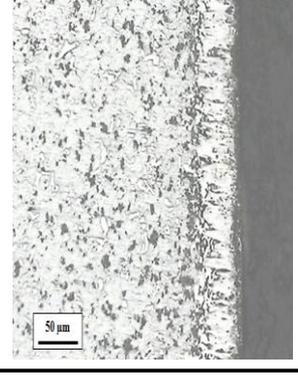
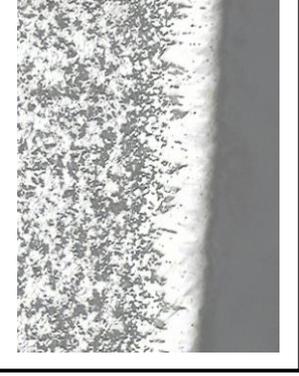
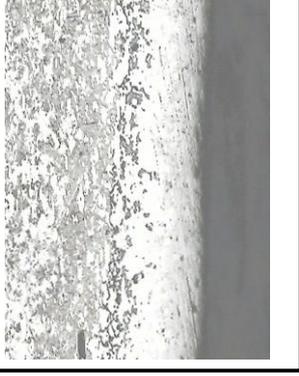
Température de Traitement (°C)	Temps de Traitement (h)		
	2	4	6
900			
950			
1000			

Tableau III-1 : l'évolution de la couche de diffusion en fonction du temps et de la température.

III-3. Analyse de l'épaisseur

A l'aide du logiciel **Image J** on a pu mesurer l'épaisseur de la couche diffusée, et en faisant quelques opérations sur ce logiciel on a obtenu les résultats sur le tableau suivant :

Température de TTC (°C)	Durée de TTC (h)	L'épaisseur de la couche diffusée (µm)
900 °C	2	21
	4	34,06
	6	42,5
950 °C	2	33,625
	4	48,3
	6	60,6
1000 °C	2	64,8
	4	98,9
	6	120,7

Tableau III-2 : résultat de mesure de la couche diffusée.

III-3-1. Profil de l'épaisseur

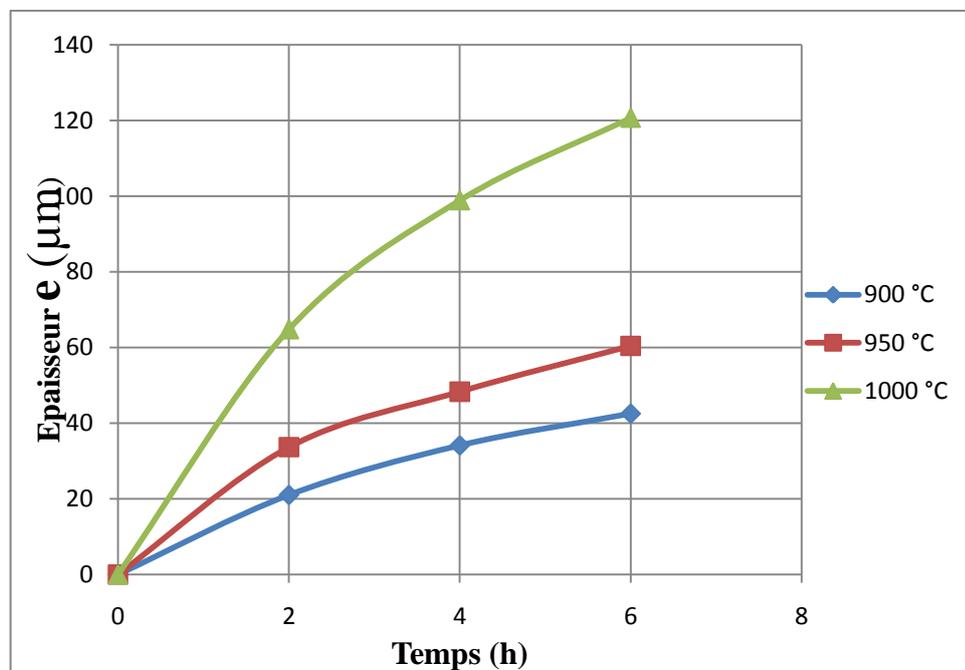


Figure III-22. Influence du temps du traitement sur l'épaisseur de la couche diffusée.

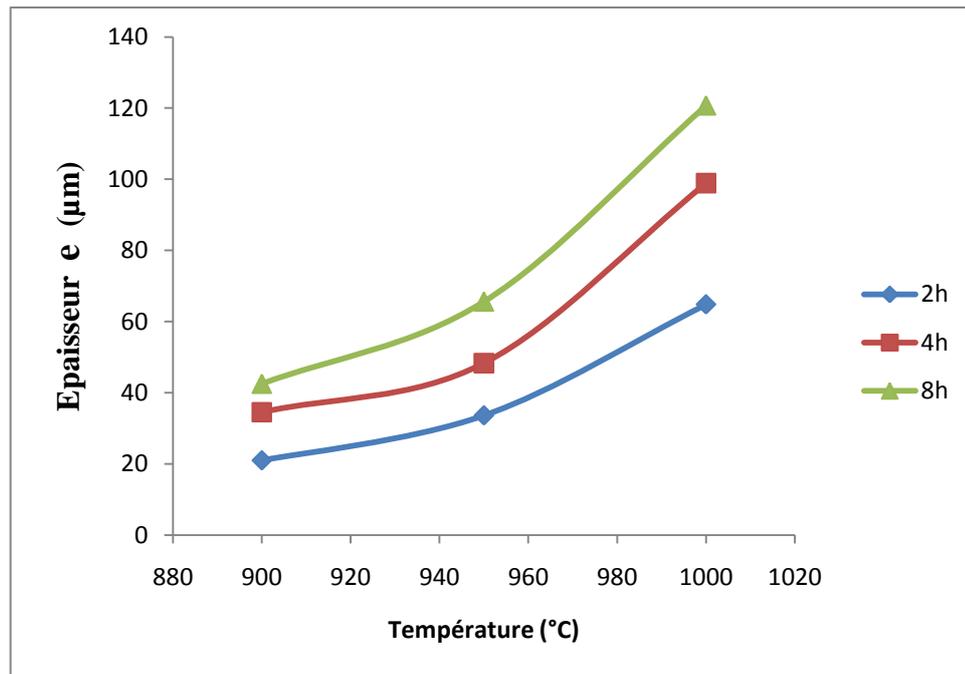


Figure III-23. Influence de la température du traitement sur l'épaisseur de la couche diffusée.

Après un traitement thermochimique pendant 2h à 900 °C, sur l'acier à outil Z200CDV12 il s'est formée une couche d'épaisseur 21µm. En augmentant la durée de traitement à cette même température (900 °C), de 2 à 6h, l'épaisseur de la couche de cet acier augmente de 1,44 fois. On conclut que la variation de l'épaisseur de la couche diffusée en fonction du temps est non linéaire et que d'après les graphes de la **Figure III-22**, l'épaisseur de la couche augmente peu après un traitement de 4h, ceci est dû à la saturation de la couche en élément diffusant et à l'appauvrissement de la pâte en cet élément. De la même manière on peut interpréter et conclure pour le TTC pendant 2, 4, 6h pour la température de 950 °C et pour 1000 °C.

D'après la **Figure III-23 (le graphe de 2h)** l'épaisseur de la couche diffusée augmente de 1,9 fois, en augmentant la température de traitement (d'un pas de 50 °C) pour la durée de maintien. On conclut que la variation de l'épaisseur en fonction de la température est aussi non linéaire et que d'après les graphes, l'épaisseur de la couche augmente d'une façon remarquable (presque de 2 fois) après un traitement à 950 °C, ceci est due au silicium puisqu'il joue le rôle d'un activateur pour la diffusion du bore dans l'acier (c'est à dire que le silicium est très efficace à hautes températures).

On remarque que la température et le temps du traitement thermochimique influent considérablement sur l'épaisseur de la couche de diffusion.

III-3-2. Profil de l'épaisseur en fonction de la racine-carré du temps

A l'aide des résultats obtenus précédemment dans le Tableau (7), on obtient les résultats suivants :

Température de TTC (°C)	\sqrt{t} (h ^{1/2})	L'épaisseur de la couche diffusée (µm)
900 °C	1,41	21
	2	34,06
	2,45	42,5
950 °C	1,41	33,625
	2	48,3
	2,45	60,6
1000 °C	1,41	64,8
	2	98,9
	2,45	120,7

Tableau III-3: l'évolution de la couche de diffusion en fonction du temps et de la température.

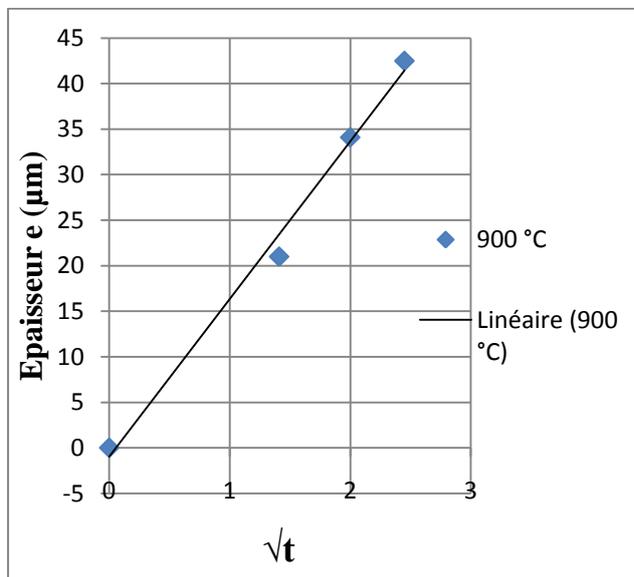


Figure III-24. L'allure de l'épaisseur en fonction de \sqrt{t} à 900 °C.

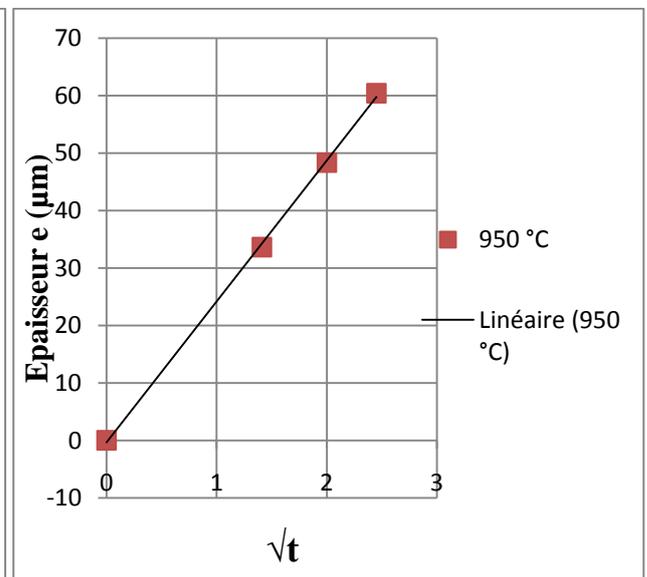


Figure III-25. L'allure de l'épaisseur en fonction de \sqrt{t} à 950 °C.

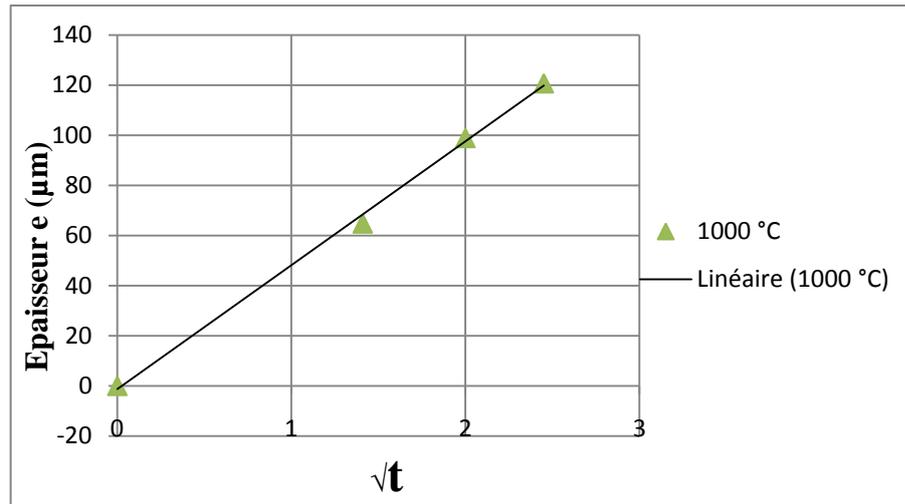


Figure III-26. L'allure de l'épaisseur en fonction de \sqrt{t} à 1000 °C.

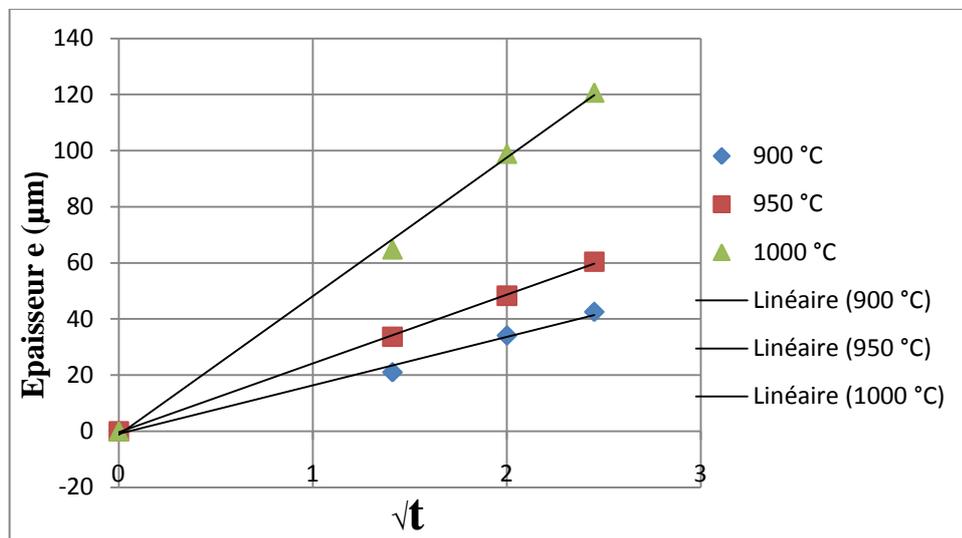


Figure III-27. L'évolution de l'épaisseur en fonction de \sqrt{t} .

D'après les résultats du tableau (7) et d'après les graphes de l'évolution de l'épaisseur en fonction de \sqrt{t} , on a pu déterminer le coefficient de diffusion avec :

$$e = k \sqrt{t}$$

Où : k : constante de diffusion ($\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1/2}$). e : l'épaisseur de couche de diffusion.

t : le temps de diffusion exprimé en secondes.

Les allures sont des droites qui passent par l'origine, l'équation de chacune est sous forme : $A = \text{tg}(\alpha) \cdot B$, d'où $k = \text{tg}(\alpha)$.

Donc : pour T= 900 °C, on à $k = \text{tg}(\alpha) = 20,67 \text{ } (\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1/2}) = 1,39(\mu\text{m} \cdot \text{min}^{-1/2})$.

pour T= 950 °C, on à $k = \text{tg}(\alpha) = 25,93 \text{ } (\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1/2}) = 3,68(\mu\text{m} \cdot \text{min}^{-1/2})$.

pour T= 1000 °C, on à $k = \text{tg}(\alpha) = 53,75 \text{ } (\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1/2}) = 3,61(\mu\text{m} \cdot \text{min}^{-1/2})$.

III-4. L'analyse de la micro dureté

On a pu déterminer la micro dureté des échantillons traités à différentes températures et pendant différentes durées de traitement, et on a obtenu les résultats présentés sur le tableau (8).

Température (°C)	Temps (h)	La profondeur (µm)								
		10	25	50	75	100	125	150	175	200
900	2	1428	946	827	815	814	814			
	4	1648	1456	1399	883	830	830			
	6	1826	1682	1403	717	715	715			
950	2	1705	1568	1405	985	989	975	975		
	4	1827	1723	1591	1495	989	975	974		
	6	1962	1812	1768	1642	1500	975	974		
1000	2	1828	1697	1578	1449	978	975	975	975	975
	4	1933	1811	1745	1639	1544	841	840	840	840
	6	2229	2065	1948	1863	1892	1768	1689	951	950

Tableau III-4 : Variation de la micro dureté à différentes profondeurs.

III-4-1. Profil de la micro dureté

III-4-1-1. L'influence du temps sur la micro dureté

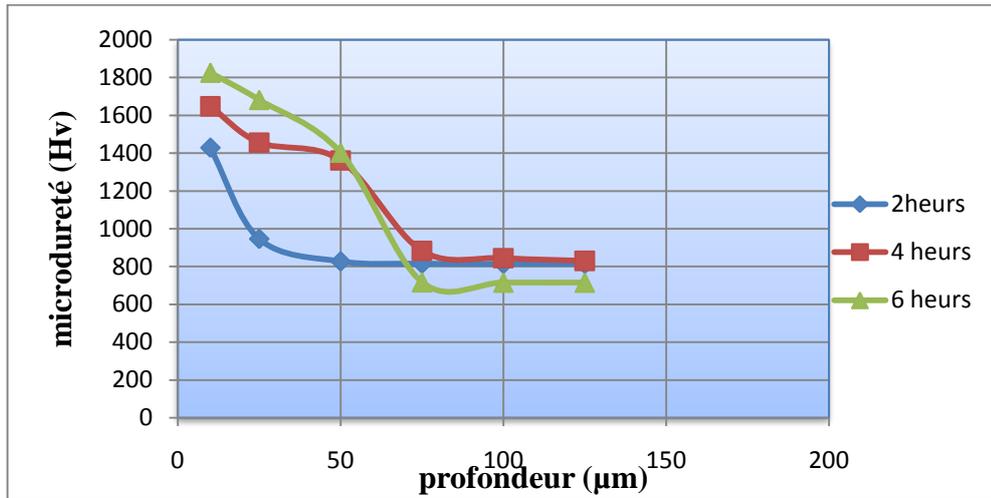


Figure III-28. Profil de la micro dureté après traitement à 900 °C.

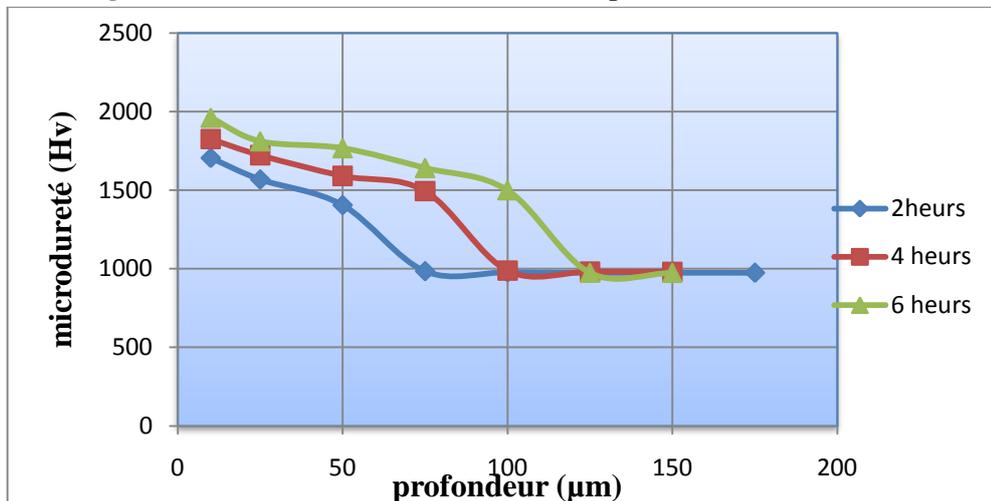


Figure III-29. Profil de la micro dureté après traitement à 950 °C.

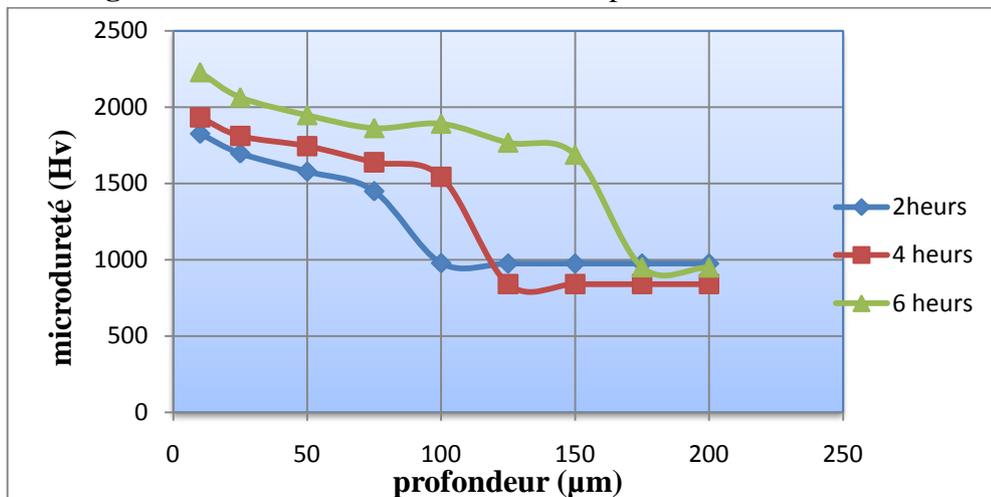


Figure III-30. Profil de la micro dureté après traitement à 1000 °C.

III-4-1-2. L'influence de la température sur la micro dureté

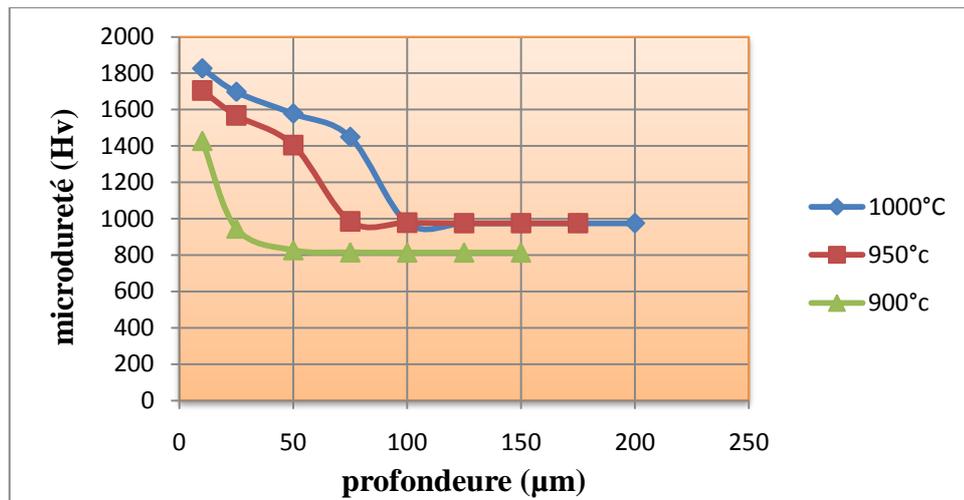


Figure III-31. Profil de la micro dureté après traitement de 2h.

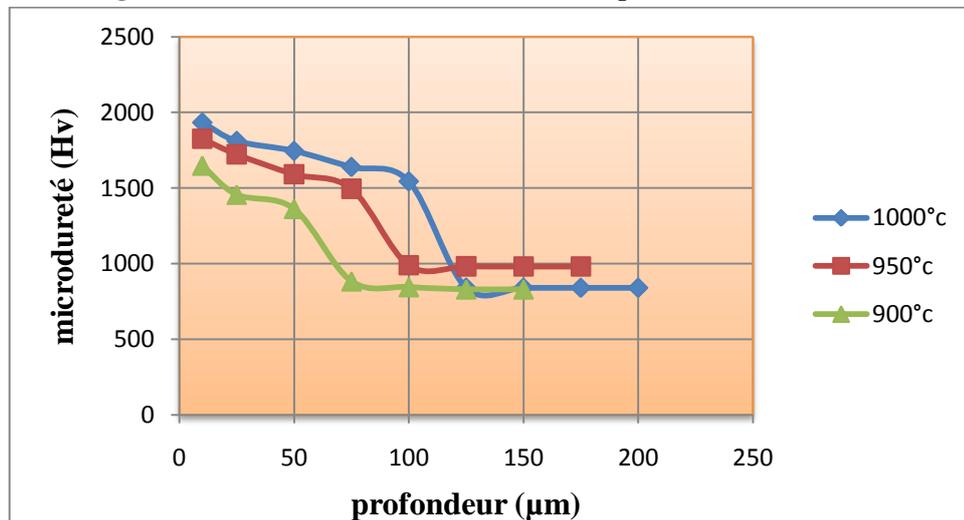


Figure III-32. Profil de la micro dureté après traitement de 4h.

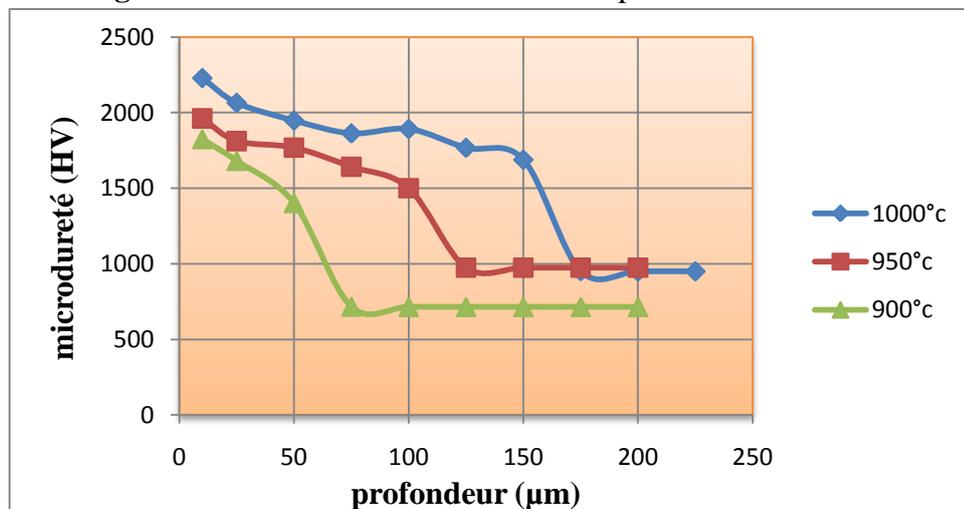


Figure III-33. Profil de la micro dureté après traitement de 6h.

III-4-2. Interprétation

L'analyse durométrique des échantillons après traitement, nous a permis d'établir que la micro dureté de la couche superficielle est plus grande que celle du substrat (métal de base), et d'après les graphes du profile de micro dureté on distingue trois zones :

- La première zone (le long de la couche borurée) en proche surface qui est très dure, ces valeurs sont dues à la présence du Fe B et Fe₂ B.
- La deuxième zone (l'interface ou la sous-couche entre la couche et le substrat) qui correspond à une diminution brusque de la dureté.
- La troisième zone (le long de substrat) qui correspond à un palier où la dureté se stabilise.

La température ainsi que le temps du traitement influent sur l'épaisseur des couches et des zones contenant les phases Fe B et Fe₂ B. Sur les graphes montrant la répartition de la micro dureté, le passage de la phase Fe B à la Fe₂ B apparaît d'une façon peu claire (ou ces deux phases coexistent).

On a pu remarquer pendant notre étude concernant la micro dureté, que la phase Fe B est très dure donc plus fragile que la détermination de la dureté à la limite de la surface de l'échantillon, comme montré sur la figure III-34.

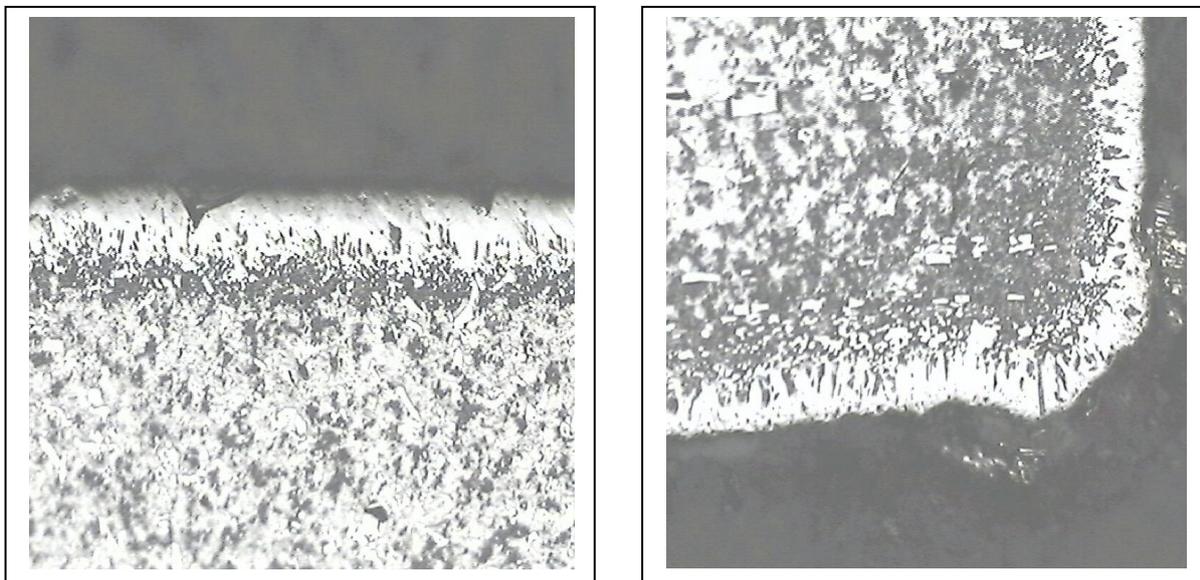


Figure III-34. Photos représentant la fragilité de la phase Fe B.

Conclusion

Général

Conclusion générale

Dans l'industrie on utilise des conteneurs, des pièces des machines, et des instruments, la première raison de leur courte durée de vie est liée directement à l'usure. Le recours au traitement thermochimique est très efficace pour l'amélioration de la résistance à l'usure et donc l'amélioration de la durée de vie et la dureté des pièces de machines et instruments travaillant dans des conditions hostiles.

Il a été d'un grand intérêt pratique d'étudier et d'établir le caractère du processus permettant la formation d'une couche de diffusion à l'aide d'une pâte à des températures de l'ordre de 900 et 1000°C c'est-à-dire à des températures de trempe, car ce traitement permet d'améliorer considérablement les caractéristiques surfaciques (importante dureté à la surface) à ces températures.

Donc après de multiples expériences, nous avons choisi une pâte assurant un traitement thermochimique à la température de trempe à travers la borosiliciuration.

Le traitement de borosiliciuration avec pâte présente plusieurs avantages par rapport aux autres traitements thermochimiques :

- La facilité de la mise en œuvre (un four électrique suffit pour le traitement + la pâte), donc la possibilité de faire le traitement localement.
- Une durée de traitement très réduite (6 heures contre 10 heures pour la nitruration) ce qui nous permet d'économiser de l'énergie, donc financièrement très intéressant pour un nombre important de pièces.
- Une micro dureté élevée entre 1450 et 2230 Hv ce qui représente entre 2 et 3 fois la micro dureté du substrat.
- La formation de plus de deux phases sur la couche de diffusion (deux parmi ces phases sont : Fe B, Fe₂ B).
- L'influence considérable du temps et de la température de traitement sur l'épaisseur de la couche de diffusion (l'augmentation du temps ou de la température de traitement conduit à l'augmentation de l'épaisseur de la couche de diffusion).
- Le traitement de grandes pièces.

Références

Bibliographique

Références bibliographiques

[1] - R.Leveque,

Aciers à outils, Technique de l'ingénieur, M330, M 332.

[2] - Shimizu, Aoki

Enhanced cold rolling work roll with self generating optimal roughness characteristics. .
ISIJ International 1992

[3] - C.Bain et H.W Paxton

Les éléments d'aditions dans l'acier» (Paris1968)

[4] - M.F.Ashby, D.R.Jones

An Introduction to Microstructures, Processing and Design ». Butterworth Heinemann
edition, 1999.

[5] - Guy Murry

Technique de l'ingénieur_ Influence des éléments d'adition. M300

[6] - G.Beranger,

Le livre de l'acier, Lavoisier, 1994

[7] - Lakhtine

Métallographie et traitements thermiques des métaux, 1978.

[8] - K.Ourari

Evolution microstructurale et mécanique d'un acier allié au chrome-molybdène-vanadium
(Z160CDV12) en conditions de fatigue thermique, Thèse de magister, ENP, 28 Juin 2001.

[9] G. Béranger, G. Henry, G. Labbe et P. Soullignac

Les aciers spéciaux, 1990.

[10] - Groupe de travail CETIM. Projet de norme NFA 02 051

« les traitements de nitruration et nitrocarburation des pièces mécaniques et outillage en
acier » .journée ATTT-OTUA. CETION. Nitruration des outillages + forge à chaud.
Ed CETIM 07/02/1991

[11] - J. BARRALIS – G. NAEDER

<< Précis de métallurgie >> 5^{eme} édition, 1990.

[12] - G.de SMET

<< Pratique des traitements thermique des métaux industriels >>
7^{eme} edition, DUNOD 1972

[13] - D.GHIGLIONE, C.LEROUY; C.TOURNIER

<< Pratique des traitements thermo-chimiques, cémentation, nitruration,
nitrocarburation et dérivé >. Technique de l'ingénieur MD 1/ M1226, M1227, (1996).

Références bibliographiques

- [14] - **L. MALDZINSKI, Ph. D. THESIS, TECHNICAL University of Poznan** (In Polish), (1989).
- [15] - **L. MALDZINSKI, Z. PRZYLECKI and J. KUNZE, Steel Res., Vol.57, (1986), pp.645-649**
- [16] - **A. ROOS, B. DELLET.**
«< Précis de métallurgie appliquée >>. Troisième édition Lavoisier, 1964.
- [17] - **N.E.BENARBIA**
« Optimisation des paramètres de nitruration : influence des éléments d'addition, modélisation et calcul thermodynamique ».Thèse de Magister, E.N.P 1998
- [18] - **L. LAINER.**
« Rapport technique 1 / 1999 >> Rapport Ovako steel Suède
- [19] - **N- HAMEDI**
«< Contribution à l'étude de nitruration des Aciers allies au Cr-Mo- V, comportement, microstructure, propriétés mécaniques. >> Thèse de Magister, E.N.P2002.
- [20] - **J. Barralis et J. Maeder**
Métallurgie, Edition Nathan-1983.
- [21] - **N.Bouaouadja,**
Matériaux Tome1 matériaux métalliques, OPU, p278-279, (1992)
- [22] - **I. S. Dukarevich, M. V. Mozharov,** A Radioactive isotope study of carbone redistribution in the layer, protective coating on metals, Vol. 4, pp.31-34, 1972.
- [23] - **C. Badini, D. Mazza,** preferred orientation of boride cristals in borided layers, journal of Materials Science, Vol. 23, pp. 3061-3088, 1988.
- [24] - **M. Carbucicchio, G. Palombarini, M. Rateo, G. Sambogna,** High temperature solide state reactivity between iron boride and chromium boride, pp. 143-148, 1998.
- [25] - **M. Carbucicchio, G. Palombarini,** Iron boron reaction producty depending on the base alloy composition, journal of material science letters, pp143-148,1998.
- [26] - **M. Carbucicchio, G.sambogna,** Influence of chrominim on boride coatings produced on iron alloys, metallurgical and protective coatings, pp299-305, 1985.
- [27] - **D. S. Tsipas, H. Noguera, J. Rus,** Corrosion behaviour of boronized low carbon steel, Materials Chemistry and Physics, Vol. 18, pp. 295-303, 1987.
- [28] - **V. P. Smirnov, A. G. Bepalov, B. N. Zolotukin, L. V. Pavlinov,** Redistribution of compoents during boron impregnation, Protective Coating on metals, Vol. 4, pp. 34-36, 1972.

Références bibliographiques

[29] - **K. H. Habig, R. Chatterjee-Fischer**, Wear behaviour of boride layers on alloyed steels, Tribology international, pp. 209-215, 2004.

[30] - **R. Leveque**,

Traitement thermique des aciers à outils, Technique de l'ingénieur, M 1135- M 1137