

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

8/88

وزارة التعليم و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement et de la Recherche Scientifique

25X

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT MINES ET METALLURGIE

المكتبة
BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

**ETUDE DE LA CINETIQUE
DE DECARBURATION SOUS VIDE
POUSSE DE LA FONTE GSC (38-15)**

Proposé par :

M.CHITROUB

Etudié par :

K.MECIF

Dirigé par :

M.CHITROUB

M.BENKACI

PROMOTION janvier 1988

DEDICACES

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

- A mes parents auxquels je dois tout
- A mes frères et soeurs
- A tous ceux que j'aime

Je dédie ce modeste travail

ABDELKRIM

- A mes parents
- A ma grande famille
- A mes beaux-parents
- A mes amis

Je dédie ce modeste travail

ABDELMALEK

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier :

Notre promoteur Monsieur M. CHITROUB pour son aide précieuse et les conseils qu'il nous a prodigués

L'ensemble des enseignants qui ont contribué à notre formation

L'ensemble du personnel de l'Atelier de Génie-Mécanique

Monsieur BELKACEM, Chef de Service du Laboratoire de l'UMR de SNV

Enfin à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail

SOMMAIRE

INTRODUCTION :	1
<u>CHAPITRE I</u> : LE VIDE	
I.1. HISTORIQUE.....	3
I.2. LE VIDE ET L'INDUSTRIE METALLURGIQUE.....	5
I.3. EXEMPLES PRATIQUES DANS L'INDUSTRIE.....	8
<u>CHAPITRE II</u> : LES FONTES A GRAPHIQUES SPHEROIDALES	
II.1. GENERALITES.....	13
II.2. FACTEURS EXERCANTS UNE INFLUENCE SUR LES PROPRIETES.....	14
II.3. VARIATION DES PROPRIETES AVEC LA TEMPERATURE.....	16
II.4. TRAITEMENTS THERMIQUES.....	16
II.5. TRAITEMENTS DE FERRITISATION.....	17
<u>CHAPITRE III</u> : MATERIAUX ET MATERIEL UTILISES	
III.1. FONTE GS (38-15).....	18
III.2. DESCRIPTION ET FONCTIONNEMENT DU FOUR SOUS VIDE.....	18
III.3. DESCRIPTION ET FONCTIONNEMENT DU GROUPE DE POMPAGE.....	24
<u>CHAPITRE IV</u> : LA DIFFUSION	
IV.1. GENERALITES SUR LA DIFFUSION.....	27
IV.2. THEORIES ET MECANISMES ELEMENTAIRES DE LA DIFFUSION.....	29
IV.3. APPLICATION DIRECTE DE LA RESOLUTION DE L'EQUATION DE FICK POUR LE REGIME TRANSITOIRE AU PHENOMENE DE DECARBURATION.....	35
<u>CHAPITRE V</u> : LA DECARBURATION DANS L'INDUSTRIE	
V.1. MALLEABILISATION PAR DECARBURATION.....	37
V.2. LA DECARBURATION ET LE DEGAZAGE.....	37
V.3. LA DECARBURATION DANS LES FOURS SOUS VIDE.....	38
<u>CHAPITRE VI</u> : RESULTATS ET INTERPRETATIONS.....	39
<u>CONCLUSION</u> :	84

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Tout progrès significatif d'une grande technologie est d'ordinaire le point de départ de développements importants de la science fondamentale.

Cette constatation est particulièrement bien illustrée par l'exemple de la technique du vide. C'est ainsi que la découverte des premiers moyens de le réaliser fit apparaître la distinction nécessaire entre les vibrations qui, comme les ondes sonores, se propagent dans la matière, et celles qui comme les ondes lumineuses sont indépendantes d'un tel support.

Ensuite, la conquête d'un niveau de vide de l'ordre du dixième de millimètre de mercure fit apparaître avec les aspects spectaculaires de la décharge électrique dans les gaz, les notions fondamentales d'ions et d'ionisation. La réalisation d'un vide encore plus profond, voisin du micromètre de mercure, contribua directement à la découverte de l'électron ainsi qu'à la mesure de sa charge et de sa masse. L'étape suivante devait permettre d'atteindre le millième de cette pression résiduelle et rendait possible la construction et le fonctionnement des tubes électroniques. Enfin, l'avènement de l'ultravide venait favoriser le rapprochement avec les conditions du cosmos, ouvrant en même temps la voie jusqu'à là inaccessible, à l'étude expérimentale de la physique des surfaces, discipline dont on attend des résultats spectaculaires dans un proche avenir.

La technologie du vide s'étend d'autre part au domaine industriel, où elle est devenue indispensable pour les applications les plus diverses, depuis la fabrication des circuits intégrés jusqu'à son emploi en lyophilisation.

Son développement semble encore loin de son terme.

CARACTERISTIQUES GENERALES DU VIDE

CARACTERISTIQUES	V I D E			
	GROSSIER	MOYEN	POUSSE (ELEVÉ)	ULTRAVIDE
Gammes de pressions (Torr)	760 à 1	1 à 10^{-3}	10^{-3} à 10^{-7}	10^{-8} et moins
Nombre de molécules dans 1 cm^3	10^{19} à 10^{16}	10^{16} à 10^{13}	10^{13} à 10^{10}	10^{10} et moins
Régime d'écoulement	Visqueux	Intermédiaire	Moléculaire	Moléculaire
Grandeurs de transfert (viscosité et conductivité thermique)	Ne dépendent pas de la pression	Dépendent de la pression	Proportionnel à la pression	Difficiles à mesurer en pratique

Le vide est un espace où les particules matérielles sont fortement rarifiées (pression inférieure à la pression atmosphérique).

Notre projet a pour but d'étudier la cinétique de décarburation sous vide poussé de la fonte GSC (38 - 15)

CHAPITRE 1

I-1-HISTORIQUE :

- L'acte de naissance du vide des mains de TORICELLI remonte à 1644.
- PASCAL le contresigna et le précisa en 1646
- 1654 apparition de la première pompe à vide (OTTO VON GUERIKE)
- Pendant plus d'un siècle on n'assista en réalité qu'au perfectionnement de cette machine qui devint l'outil de travail de tout les laboratoires de physique.
- 1855, M GEISLER construit sa 1^{ere} pompe à déplacement de mercure et atteignant le dixième de torr.
- Perfectionnée par A TOPLER, la pompe à piston de mercure est parfois encore utilisée par les chimistes.
- Dix ans plus tard M SPRENGEL construit la première trompe à mercure améliorant légèrement le vide.
- 1860 on commençait à produire des lampes électriques à filament incandescent et ceux en très grande quantité, grâce au temps assez court pour l'obtention d'un "bon vide".
- 1905 W GAEDE créa la première pompe à mercure rotative abandonnée aujourd'hui mais l'idée de partager l'action de pompage entre deux (2) pompes en serie, la seconde fonctionnant que sous la pression déjà abaissée fournie par la première appelée pompe préliminaire.
- A partir de 1910 et grâce à GAEDE apparait un modèle de pompe préliminaire rotative à palettes, si efficace, si robuste et si commode que l'on n'en connaît aujourd'hui plus d'autre.
- 1913 GAEDE toujours, réussit grâce à sa pompe moléculaire mécanique l'obtention d'un vide poussé de l'ordre de 10^{-5}
- Le français F. HILWECK la rendra pratique à l'échelle industrielle surtout dans l'industrie naissante de l'électronique. Sa faible vitesse de pompage freinera son développement.
- GAEDE exploite alors une autre idée. Ce n'est plus avec une paroi mobile qu'il tente d'entraîner les molécules mais par diffusion dans un nuage mobile des molécules étrangères et condensables.

- Il fallait attendre I LANGMUIR qui l'exploita et la perfectionna pour en faire la pompe à nappe de vapeur condensable universellement répandue aujourd'hui.
- Le domaine de l'ultravide ($10^{-8} \div 10^{-13}$ torr) est réalisé lui non pas à l'aide de pompes mais à l'aide d'absorbants qui captent et fixent les molécules libres frappant leurs surfaces.

I-2-LE VIDE ET L'INDUSTRIE METALLURGIQUE.

I-2-1- INTRODUCTION :

- Le traitement thermique des outillages en fours sous vide a connu un développement très important au cours de la dernière décennie.

Le développement est principalement dû à la progression des performances des fours sous vide. Notamment au niveau des vitesses de refroidissement.

Mais on peut également penser que le souci d'économie d'énergie et d'automatisation a conduit les utilisateurs à investir dans cette technologie.

I-2-2- RAISONS DU DEVELOPPEMENT DU TRAITEMENT THERMIQUE SOUS VIDE

- Le tableau suivant donne une idée sur le nombre de fours sous vide en service dans les pays industrialisés

(ANNEE 83)

PAYS	NOMBRE DE FOURS SOUS VIDE	PRIX DU KW (APPROXIMATIF)
USA	3000	0,80
JAPON	1200	1,00
FRANCE	250	0,35
ALLEMAGNE	200	0,45

- La demande au cours de ces dernières années a fortement progressé malgré le coût élevé de l'investissement. Cependant le prix d'un four sous vide a tendance à diminuer.

- Les raisons peuvent être classés en trois (3) grandes catégories

- 1)- Ordre métallurgique et mécanique
- 2)- Ordre économique
- 3)- Ordre écologique

1) RAISONS D'ORDRE METALLURGIQUE :

a) Avantages propres à la technique du vide

Le premier avantage réside dans l'état de surface parfait après traitement. Les pièces ressortent brillantes sans aucune trace d'oxydation. Pas de nettoyage ni de lavage pour éliminer les traces de sels de trempe ou autres pollutions.

Le second influe sur les caractéristiques mécaniques ou magnétiques des matériaux traités. Le chauffage sous vide à des pressions inférieures à 10^{-2} torr entraîne un affinage du métal par dégazage (élimination de tous les composés gazeux).

Dans le domaine de matériaux sujets au vieillissement chimique dû à la précipitation de composés de fer, de carbone, d'oxygène et d'azote présents dans la matière de base, un recuit sous vide apporte la solution.

Dans la pratique, le dégazage entraîne une amélioration des caractéristiques mécaniques comme une meilleure résistance à la fatigue et une plus grande résilience.

b) Avantage propres au matériel

De plus, ce matériel très perfectionné garantit un maximum de qualités au traitement, car :

Les pièces introduites froides ressortent également froides. Les risques de détérioration pendant les manœuvres sont éliminés.

La programmation complète : température, vide, vitesse de montée en température, temps de chauffage, refroidissement... enlève tous risques d'erreur et permet un traitement reproductible.

La forme et la matière du "moufle" ainsi que le système de régulation, garantis une grande précision dans le traitement.

La possibilité de positionner les pièces, de programmer la vitesse de chauffe, de contrôler le refroidissement nous place dans les conditions optimales pour réduire le risque de déformation.

2) RAISONS D'ORDRE ECONOMIQUE

Dans une unité de traitement thermique à façon n'utilisant que la technique du vide, on constate que l'énergie électrique ne représente que 4,51 % du prix de revient du traitement. De plus les quantités de gaz employées sont extrêmement faibles. Par ailleurs, un four sous vide ne consomme de l'énergie qu'en fonctionnant. Les autres équipements nécessitent un maintien de température y compris les Week-End et la nuit. Ce qui entraîne des consommations électriques extrêmement élevées.

Si l'on compare les coûts énergétiques du traitement sous vide au bain de sels, on remarque un gain de près de 300 %.

On peut citer également comme raison d'ordre économique, l'automatisation complète de ces fours qui garantit la qualité du traitement mais permet aussi le fonctionnement de ces équipements de nuit sans personnel.

3) RAISONS D'ORDRE ECOLOGIQUE

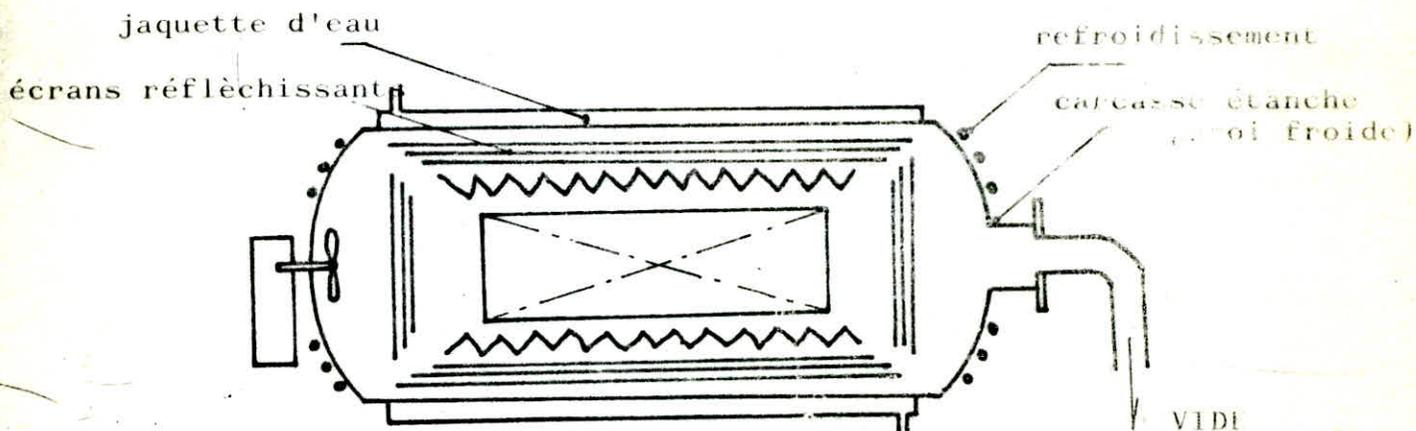
Le procédé ne nécessite aucune installation de traitement des effluents ou des fumées et, contribue à améliorer considérablement les conditions de travail. Et ce, d'autant plus que la température environnante correspondant sensiblement à la température ambiante de l'atelier du fait de la conception des fours (à paroi froide), et que le niveau de bruit est relativement faible (inférieur à 80 dB).

I-3- EXEMPLES PRATIQUES DANS L'INDUSTRIE

I-3-1- QUELQUES TYPES DE FOURS SOUS VIDE :

- Les fours se classent en trois types principaux:

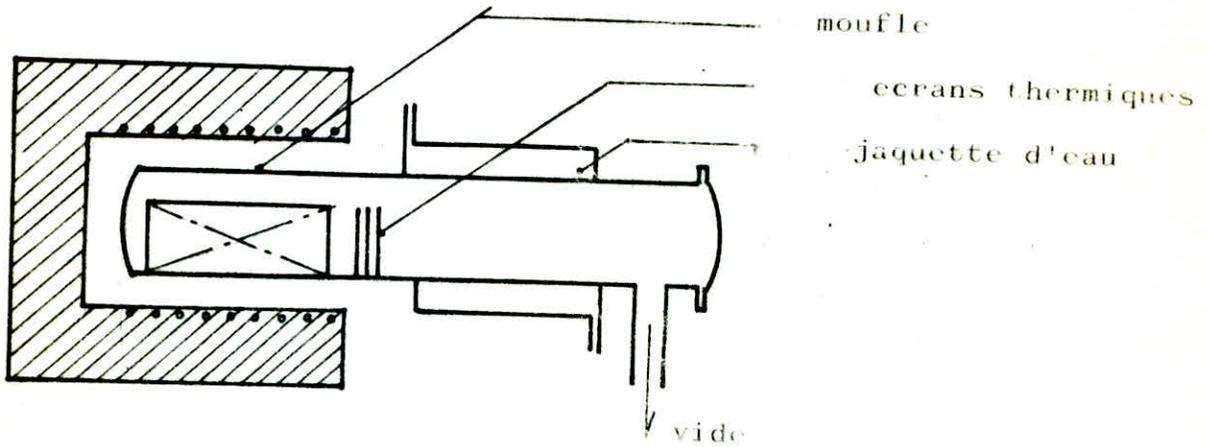
1) FOUR A PAROI FROIDE



Les fours à carcasse étanche et paroi froide, horizontaux atteignant 2000°C, dans lesquels les éléments chauffants sont placés sous vide; le refroidissement s'effectue par une ventilation interne après introduction d'un gaz inerte. Des fours verticaux sont utilisés pour le recuit de feuillets d'acier inoxydable en bande, ainsi que des fours à cloches.

Des fours à sections étanches au vide et au gaz, permettent la trempe automatique sous gaz ou dans l'huile, d'aciers à outils.

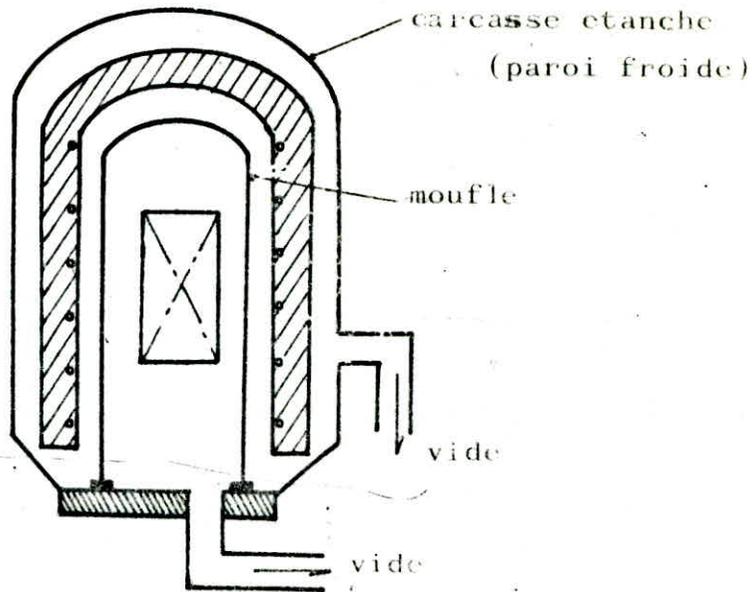
2) FOUR A' PAROI CHAUDE



Les fours à paroi chaude, à moufle intérieure étanche, semblables aux fours classiques de traitement sous atmosphère.

Le chauffage électrique, au gaz ou au fuel est limité par la résistance mécanique du moufle qui tend à se déformer sous l'action de la pression atmosphérique.

3) FOUR A PAROI DOUBLE



Les fours à double paroi, verticaux ou à cloches, dans lesquels la charge sous vide est placée dans un moufle (paroi chaude).

Le chauffage du moufle est assuré par des éléments électriques disposés dans une seconde enceinte sous vide à carcasse extérieure étanche (paroi froide).

Le moufle ayant ses deux côtés sous vide n'est pas soumis à un effort d'écrasement ce qui permet d'atteindre des températures de l'ordre de 1500°C sous un vide poussé.

I-3-2- QUELQUES EXEMPLES DE TRAITEMENTS THERMIQUES SOUS VIDE

- En construction aéronautique et spatiale ainsi que dans l'industrie nucléaire, sont apparus des traitements sous vide partiel ($1 \text{ à } 10^{-2}$ torr) ou vide poussé pour :
 - Le recuit ou le chauffage avant traitement de métaux réactifs ou facilement oxydables (tantale, zirconium, molybdène, tungstène, acier inoxydable).
 - Le dégazage de certains métaux et leurs alliages (zirconium, titane)
 - Le brasage de l'acier inoxydable (nids d'abeille) du titane du béryllium.
 - Le frittage des métaux réactifs aux atmosphères courantes.
 - A remarquer qu'on procède même à des coulées sous vide pour le dégazage (H;O;N) des bruts de coulée afin d'améliorer les propriétés mécaniques.

CEMENTATION SOUS VIDE DES PIÈCES D'ENGRENAGE :

La décision de cimenter sous vide a été basée essentiellement sur la qualité, il a été estimé le besoin du meilleur traitement thermique disponible pour des engrenages soumis à de très fortes contraintes. La couche cimentée sous vide ne contient aucun produit d'oxydation intergranulaire et il y a toujours une variation uniforme de la teneur en carbone de la surface vers l'intérieur.

La teneur en carbone est également très réglable en surface.

Avec cette méthode de cimentation, la diffusion du carbone tend à être transgranulaire en surface plutôt qu'intergranulaire, comme dans le cas d'une cimentation par un gaz endothermique.

La cementation sous vide est faite sous un domaine de pression de 0,1 à 10mm de Hg. A cette pression on utilise des petites bouffées brusques de gaz propane opération réalisable grâce à un pulsateur qui injecte le gaz.

Ce pulsateur provoque non seulement l'entrée du gaz mais projette avec une énergie cinétique considérable qui lui fait pénétrer dans toute la charge.

Après chaque cycle de cementation, le gaz est retiré par pompage pour le cycle de diffusion, la durée des cycles de diffusion pour une charge donnée augmentant progressivement..

Le nombre de cycles de cementation et de diffusion est déterminé par la profondeur désirée de la couche durcie. Le réglage de la teneur en carbone est effectué par l'intermédiaire des durées des cycles de diffusion.

Toutes les fonctions du four sont commandées par un microprocesseur programmable.

CHAPITRE 2

II.1. GENERALITES :

Les fontes à graphite sphéroïdal à haute résistance s'obtiennent par addition de certains métaux alcalins ou alcalino-terreux à la fonte liquide.

A cet effet on emploie le plus souvent le magnésium (0,03 à 0,07 %). Pour ce qui est d'autres éléments, ces fontes ne se distinguent pas de la fonte grise.

Pendant la cristallisation le magnésium confère au graphite non pas une forme lamellaire mais sphérique. Le graphite sphéroïdal dont la surface dans un volume donné est minimale, affaiblit bien moins que le graphite lamellaire la matrice métallique, le graphite sphéroïdal n'est pas concentrateur de contrainte actif. Les propriétés mécaniques des fontes à graphite sphéroïdal sont plus élevées que celles d'une fonte usuelle et ne le cèdent en rien à l'acier de fonderie à haut carbone, tout en conservant les avantages que présente une fonte : sa coulabilité et usinabilité, aptitude à amortir les vibrations, haute tenue à l'usure etc...

La fonte à haute résistance est très utilisée dans les branches industrielles les plus diverses.

Ainsi la construction automobile et de diesels l'utilise pour la fabrication des vilebrequins, culasses. En mécanique lourde elle sert à exécuter de nombreuses pièces de laminoirs et de presses (chabottes, traverses des presses, cylindres de laminoirs par exemple), dans les industries chimiques et pétrolières, pour les pompes et les valves travaillant dans les milieux corrosifs.

Les fontes à haute résistance s'emploient aussi pour la fabrication des éléments machines outils, des presses et des forges qui travaillent dans les paliers et autres ensembles sollicités au frottements dans des conditions de pressions accrues et élevés (jusqu'à 120 kgf/mm^2).

II.2. FACTEURS EXERCANT UNE INFLUENCE SUR LES PROPRIETES

II.2.1. MICROSTRUCTURE.

Dans les fontes à graphite sphéroïdal, le graphite se présente sous forme compacte voisine de la sphère.

Pour une composition chimique courante et en l'absence d'éléments d'alliage, la structure obtenue à l'état brut de coulée est constituée de ferrite et de perlite.

Si la pièce n'est pas d'épaisseur uniforme, les sections les plus épaisses, qui se refroidissent plus lentement, contiennent plus de ferrite que les sections plus minces qui sont à prédominance perlitique. Ces nuances ferrito-perlitiques, les plus économiques, sont fréquemment utilisées à l'état brut de coulée. La ferrite constituant doux, se présente sous forme d'aureoles entourant les sphères de graphite, le reste de la matrice étant constitué de perlite lamellaire dont les caractéristiques mécaniques dépendent avant tout de la finesse de ses lamelles.

Ces structures ferrito perlitiques peuvent ensuite être modifiées pour que l'on puisse obtenir soit une nuance ferritique à ductilité élevée par recuit de ferritisation, soit une nuance perlitique à résistance mécanique élevée par traitement de normalisation.

II.2.2. COMPOSITION CHIMIQUE

La composition chimique d'une fonte à graphite sphéroïdal et la vitesse de refroidissement de la pièce exercent une influence directe sur la nature de la matrice métallique, donc sur les caractéristiques mécaniques.

Les nuances les plus douces sont réalisées d'ordinaire avec des teneurs en silicium relativement élevées, des matières premières pures qui ne contiennent que très peu d'éléments résiduels (C_u , C_p , etc...) et du manganèse, élément stabilisant la perlite afin de promouvoir une structure ferritique brut de coulée ou d'abréger le cycle de recuit.

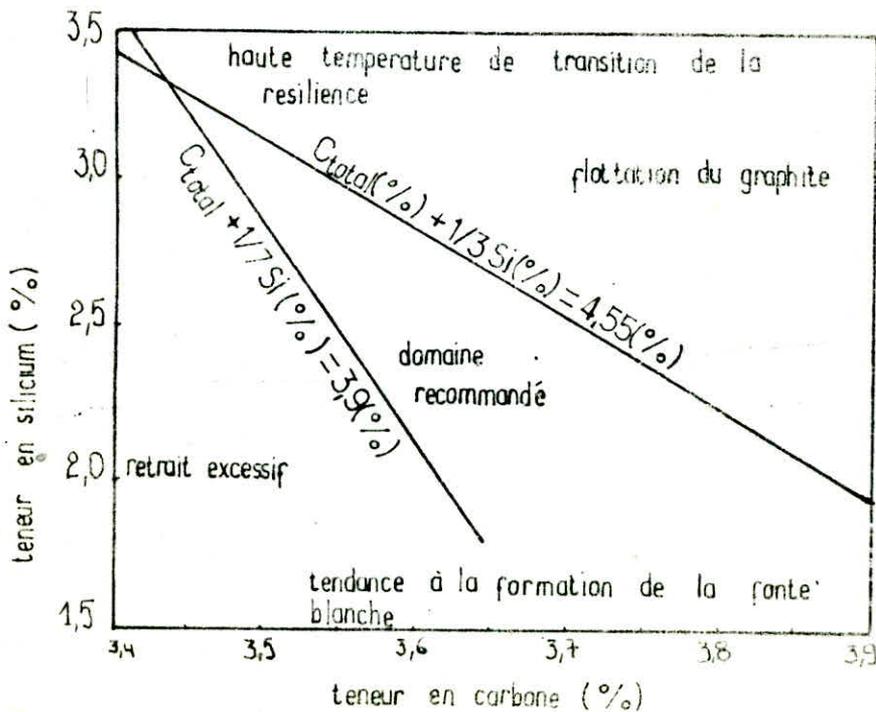
La figure (1) situe le domaine de variation des teneurs en carbone et en silicium les plus courantes. On constate qu'un silicium bas favorise la formation de fonte blanche mais, au contraire, qu'une teneur trop élevée en cet élément augmente la température de transition.

Une augmentation de la teneur en silicium a tendance à diminuer la dureté de la fonte et à accroître sa ductilité par formation préférentielle de ferrite.

Cependant, dans une fonte entièrement ferritique, l'augmentation du silicium durcit la ferrite et accroît sensiblement la résistance mécanique.

En ce qui concerne le carbone, on constate sur cette même figure qu'une teneur trop basse accentue les phénomènes de retrait par un retrait excessif lors de la solidification, alors qu'un excès de carbone peut entraîner l'apparition du phénomène de flottation dans les pièces à parois épaisses.

La phosphore de part sa propriété d'élément fragilisant, n'est toléré qu'à 0,08 % dans la fonte.



Fontes à graphite sphéroïdal : domaine de variation des teneurs en carbone et en silicium et facteurs pratiques qui tendent à limiter ce domaine.

II.3. VARIATION DES PROPRIETES AVEC LA TEMPERATURE

Propriétés aux températures élevées.

Les fontes à graphite sphéroïdal sont largement utilisées pour des applications à haute température. Leur teneur élevée en silicium améliore leur résistance à l'oxydation. Le choix d'une nuance de fonte destinée à être exposée à de hautes températures nécessite une connaissance du comportement du matériau à chaud (transformations structurales et évolution des caractéristiques mécaniques).

Transformations structurales. - le séjour prolongé à une température supérieure à 400° c entraîne un gonflement qui résulte de plusieurs transformations.

- Graphitisation ou précipitation du graphite : elle provient de la décomposition progressive de la cémentite (libre ou perlitique). Déjà sensibles vers 550° c en fer et en carbone qui diffuse dans la matrice et se dépose sur les sphéroïdes de graphite existants.

Ce phénomène est déjà plus rapide aux températures supérieures à 650°c et il peut ne demander qu'un temps très court à 700°c, la vitesse de décomposition des carbures dépend de la composition chimique, et en particulier de la teneur en silicium.

II.4. TRAITEMENTS THERMIQUES

Les fontes à graphite sphéroïdal sont constituées d'une matrice métallique contenant du graphite sous forme de sphères, cette matrice métallique, analogue à celle d'un acier, peut-être modifiée par traitement thermique.

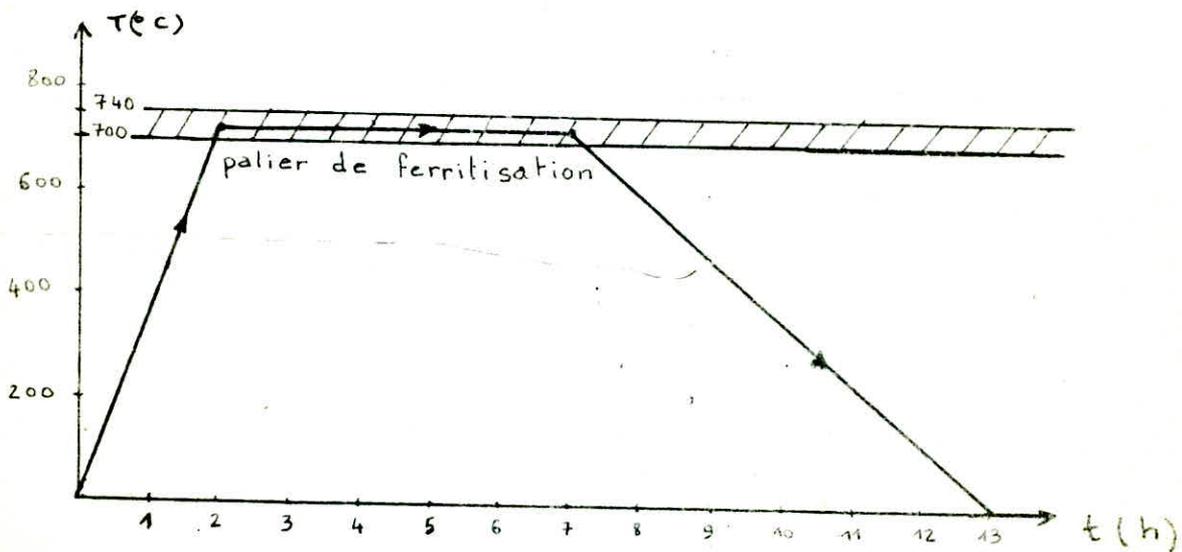
Bien que les différentes nuances soient avantagement obtenues à l'état brut de coulée, c'est à dire sans traitements thermiques, ceux-ci sont utiles ou nécessaires dans certains cas :

- Elimination des contraintes internes pour une meilleure stabilité dimensionnelle,
- Réglage plus précis de la structure;
- Amélioration de la résistance mécanique et de la résistance à l'usure par trempe à l'air, par trempe à l'huile et revenu, par trempe isotherme. Enfin, par diffusion d'éléments chimiques dans la couche superficielle, on peut augmenter la résistance à l'usure, à la corrosion et à la fatigue des fontes à graphite sphéroïdal.

II.5. RECUIT DE FERRITISATION :

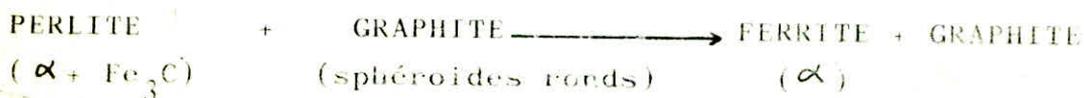
Afin d'obtenir une matrice entièrement ferritique, il est plus d'austéliser le métal et de le refroidir assez lentement pour qu'en franchissant l'intervalle de transformation $Ar_3 - Ar_1$ il se forme de la ferrite, le refroidissement dans ce domaine devra être inférieur à une limite dépendant surtout de la microstructure du graphite et de la teneur en silicium. Ainsi pour un graphite grossier et un silicium voisin de 1,5 %, cette vitesse sera de l'ordre de 2 à 3°C.h⁻¹ seulement. Si la teneur en silicium est de 2,5 % et le graphite très fin, un refroidissement de plusieurs dizaines ou centaines de degrés par heure pourra permettre une ferritisation quasi totale :

Le traitement de ferritisation usuel est le suivant :



Explication du phénomène :

La cémentite de la perlite est malléable et se décompose très facilement en ferrite et graphite selon la réaction :



CHAPITRE 3

III.1. FONTE GS (38 - 15)

La fonte GS (38 - 15) utilisée a été élaborée à SNVI de ROUIBA, coulée en barreaux à des fins expérimentaux.

Sa composition chimique est la suivante :

C	: (3,3 - 3,7)%
Si	: (2,4 - 2,8)%
Mn	: (0,2 - 0,5)%
Mg resi	: (0,04 - 0,06)%
S	: 0,020 %
P	: 0,01 %
Al	: 0,08 %
Sn	: 0,08 %
Cr	: 0,05 %
Pb	: 0,002 %
Ti	: 0,04 %
Bi	: 0,02 %

(Ainsi que d'autres pourcentages très faibles d'autres éléments)

La lettre C indique le type de fonte, qui a pour caractéristiques mécaniques essentielles :

- $\sigma = 380 \text{ N/mm}^2$: la contrainte moyenne admissible de rupture à la traction
- A = 15 % : l'allongement en %
- La dureté HB est comprise entre 137 - 170

La structure de notre fonte est ferrito-perlitique brut de coulée. Elle est dite " BULL EYE", car le graphique est entouré de perlite, qui est elle même entourée de perlite.

III.2. DESCRIPTION ET FONCTIONNEMENT DU FOUR SOUS-VIDE :

La mise en marche du four se déroule de la manière suivante :

- 1)- Mise en place de l'échantillon : L'échantillon est placé dans un support prévu à cet effet (porte échantillon en molybdène) suspendu au haut du four grâce à des anneaux

Un thermocouple suspendu permet de donner la température à un endroit donné.

L'ensemble est remis en place. On s'assure que le robinet casse vide est fermé.

2)- On met l'ensemble sous tension grace au sectionneur (2)

3)- Mise en marche du groupe de pompage : (voir schéma)

3.1, On met le levier (3) en position PRIM et on allume la pompe primaire (14)

3.2. Lorsque l'aiguille du vide (4) à nettement devier de sa position initiale (10^{-2} mbars). On met la vanne (3) en position DIFF et on allume la chauffrette de la pompe secondaire (13).

Après 15 mn de chauffage, on ouvre la vanne baffle (9) : la pompe à diffusion est en action.

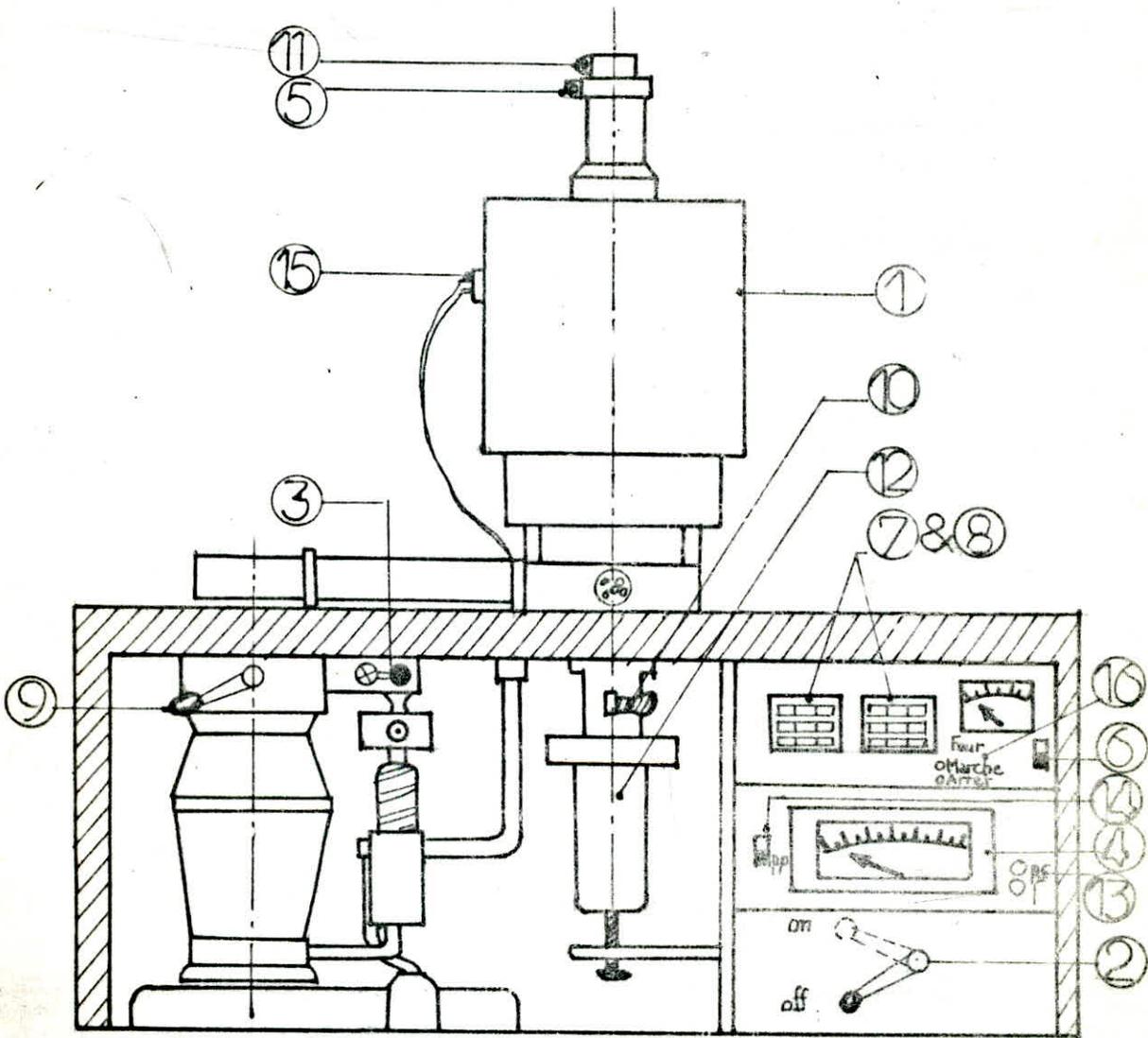
NB : Il faut s'assurer que l'eau de refroidissement circule avant de commencer l'opération 3.2

4)- Mise en route du programme de traitement par (7), mise en marche four (16)

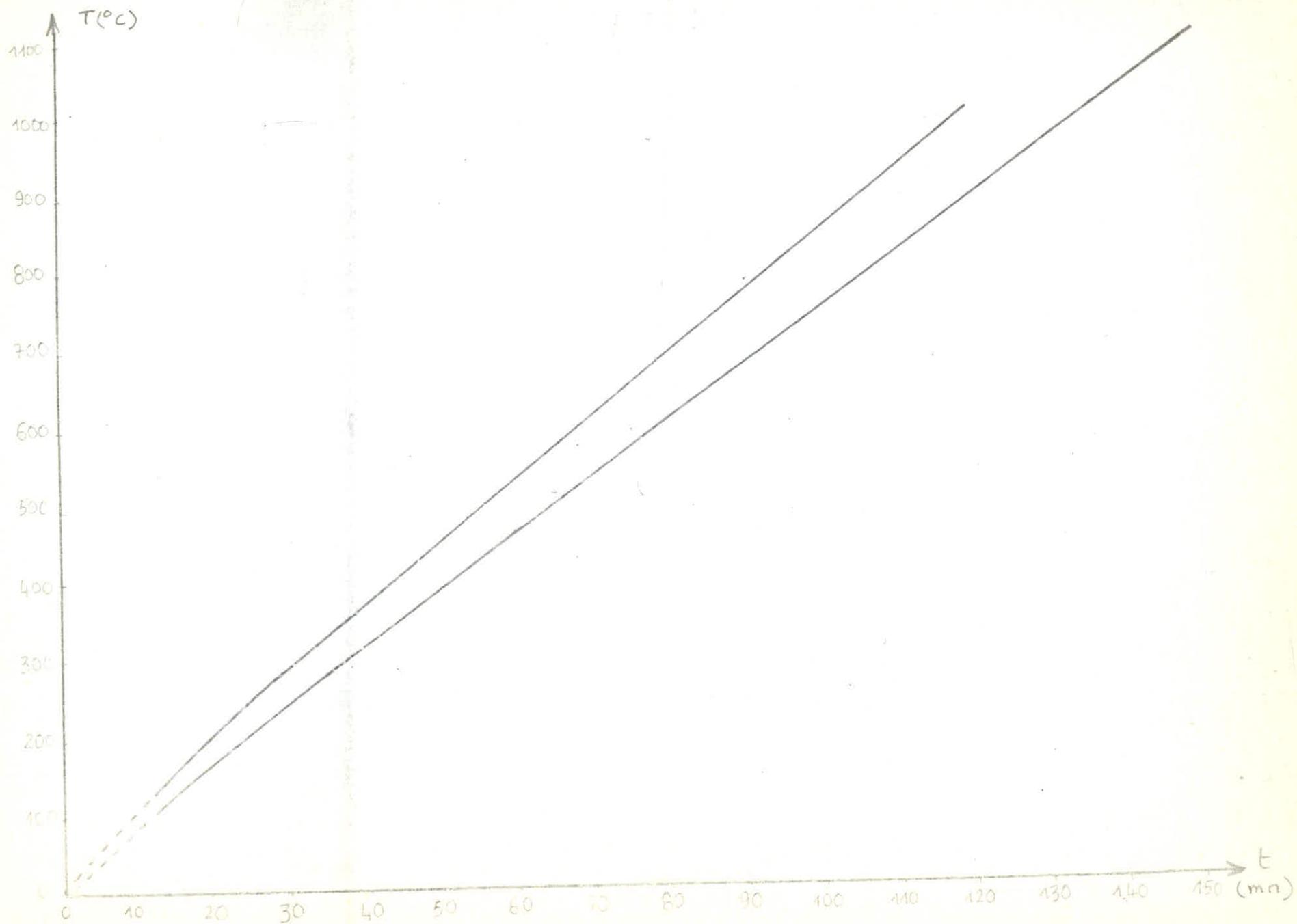
Le programme est préalablement étudié par l'utilisateur, en prenant en compte la courbe de chauffage et de refroidissement afin de ne pas "disjoncter" le four.

A noter que les paramètres de régulation sont pré-réglés et qu'on ne peut les modifier de n'importe quelle manière.

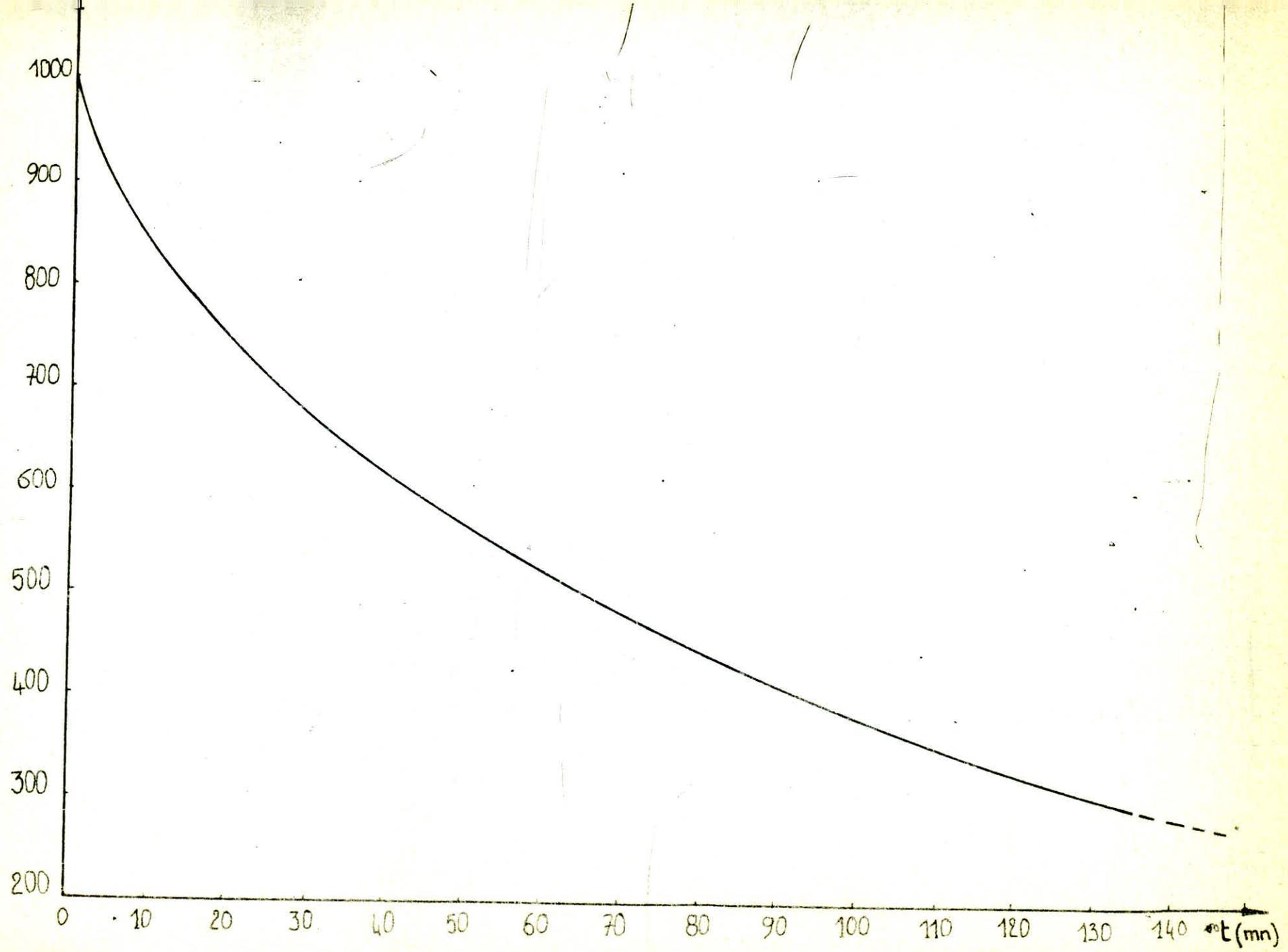
FOUR SOUS VIDE TYPE TCR 50



- (1) Enceinte du four
- (2) Sectionneur de tension
- (3) Robinet case vide
- (4) Coffret mesure du vide
- (5) Robinet casse vide
- (6) Mise en marche
- (7) Dispositif de régulation
- (8) Dispositif de programmation
- (9) Vanne baffle
- (10) Levier de séparation four-pot de trempe
- (11) Libération de l'échantillon
- (12) Pot de trempe
- (13) Chauffrette de la pompe secondaire
- (14) Mise en marche de la pompe primaire
- (15) Thermocouple

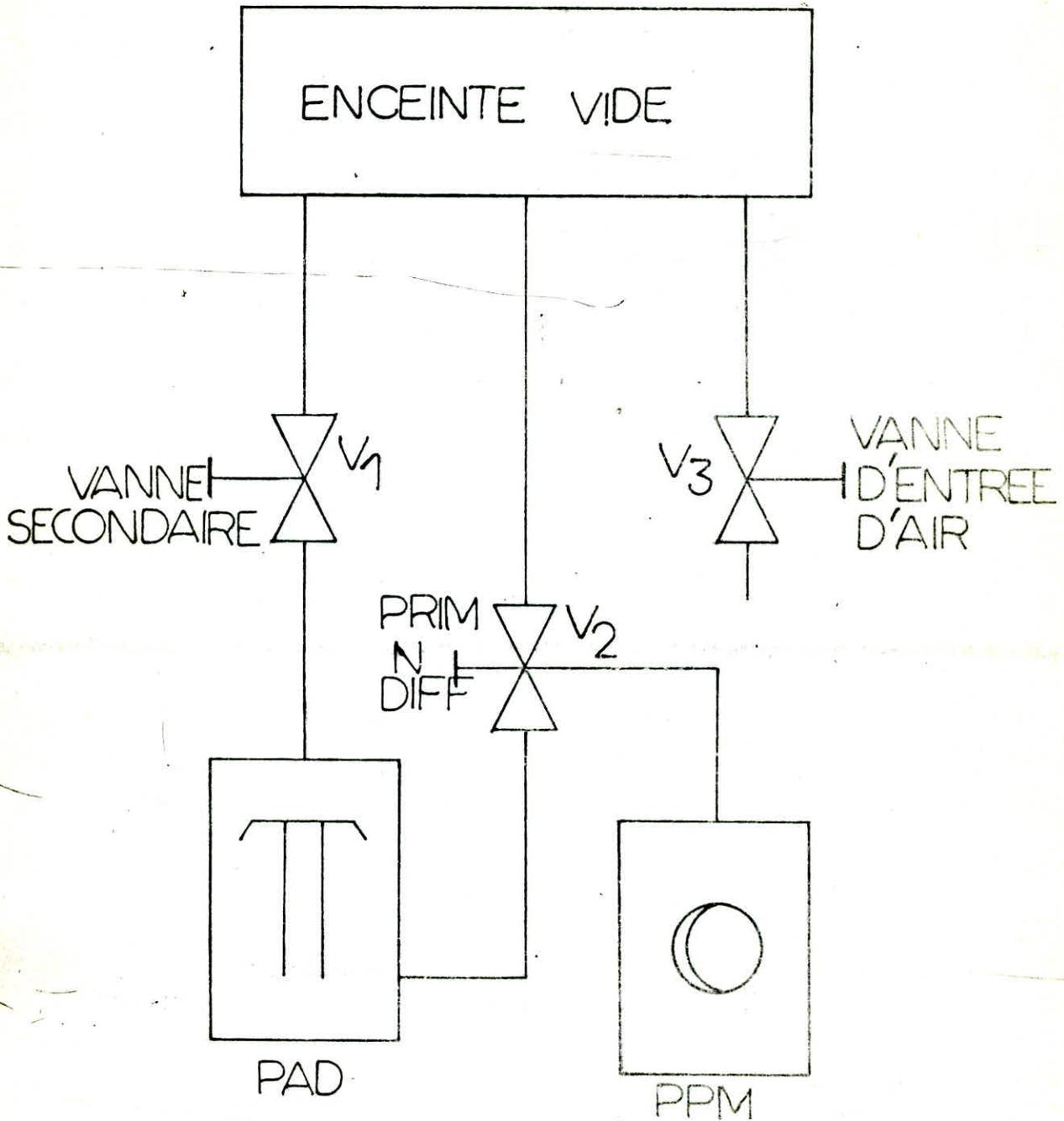


- 23 -



III.3 DESCRIPTION ET FONCTIONNEMENT DU GROUPE DE POMPAGE

III.3.1. SYNOPTIQUE DU GROUPE DE POMPAGE



III.3.2. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DE LA POMPE A PALETTES A UN ETAGE

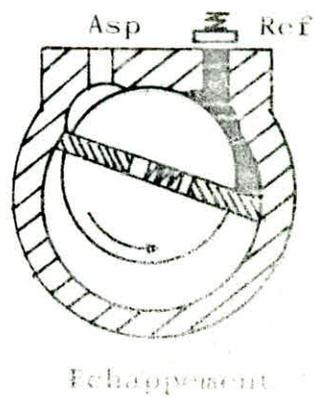
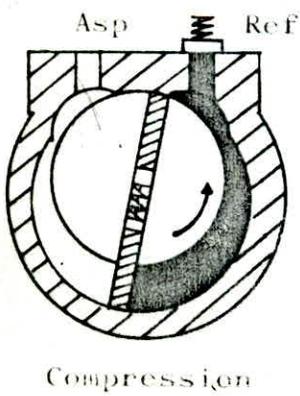
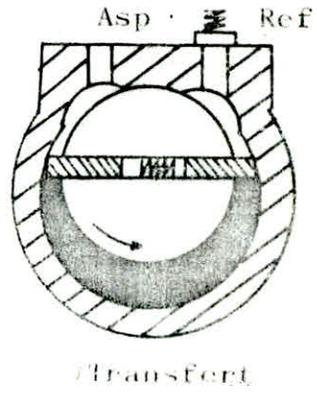
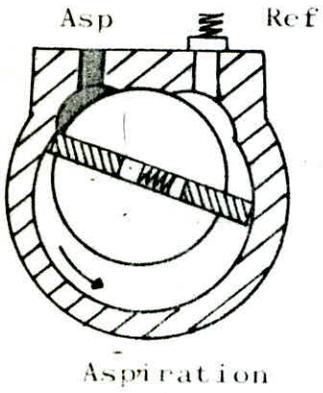
La partie fonctionnelle d'une pompe à palettes se compose :

- D'un stator cylindrique creux muni d'un orifice d'aspiration et d'un orifice de refoulement;
- D'un rotor entraîné en rotation à l'intérieur du stator et excentré par rapport à celui-ci, pour permettre le pompage;
- De deux palettes qui coulisent dans le rotor et sont plaquées sur le stator sous l'effet de la force centrifuge et des ressorts.

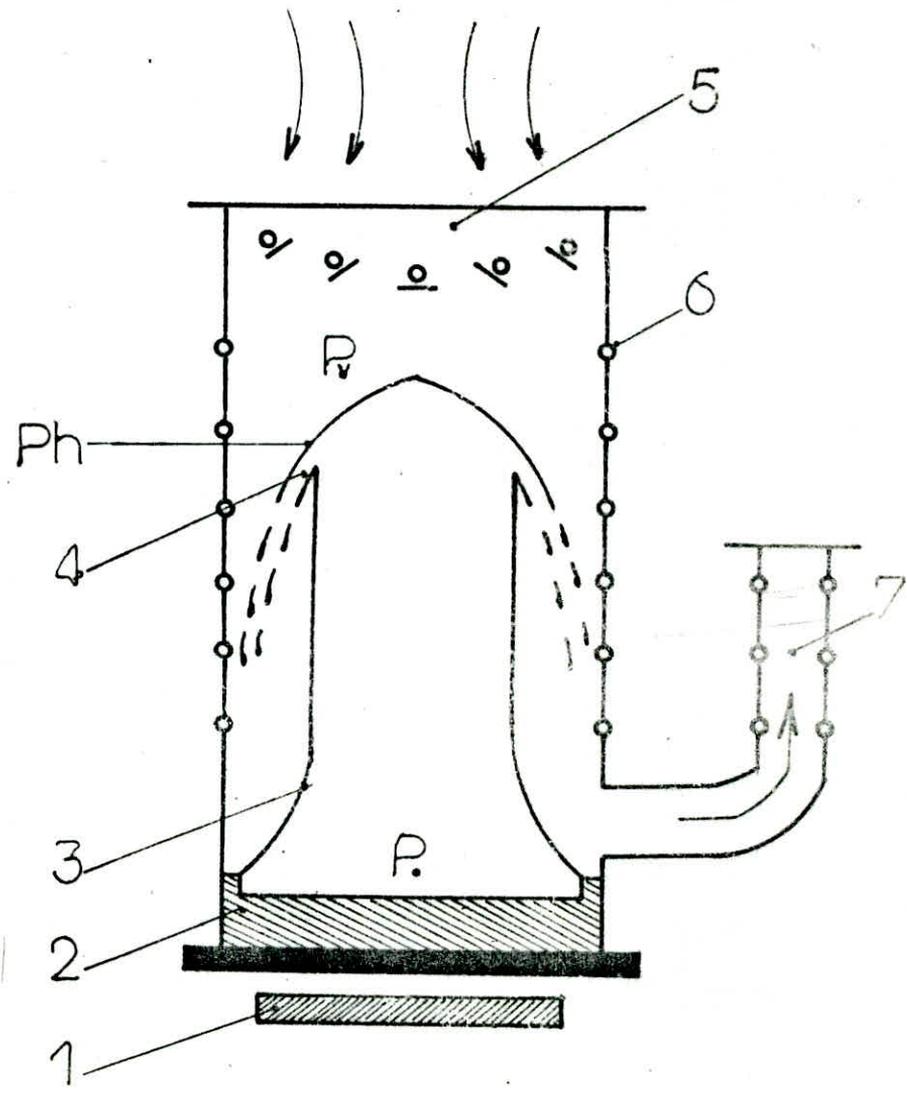
Le cycle de pompage est le suivant :

- Aspiration : le passage d'une palette devant l'orifice d'aspiration forme un volume croissant dans lequel se détend le gaz de l'enceinte à vider, le passage de la seconde palette ferme le volume.
- Transfert : le gaz emprisonné dans le volume compris entre les deux palettes est transféré vers l'orifice de refoulement par rotation du rotor.
- Compression : le volume est en communication avec l'échappement qui est muni d'une soupape ; le gaz est comprimé jusqu'à ouvrir la soupape.
- Echappement : le gaz est rejeté dans la cuve lorsque la pression est suffisante pour permettre l'ouverture de la soupape.

CYCLE DE POMPAGE



III.3.3. THÉORIE ET MECANISME DE FONCTIONNEMENT DE LA POMPE A DIFFUSION



Dans la pompe à diffusion, le fluide moteur (huile) est chauffé dans la chaudière (1) par l'élément chauffant (2)

La vapeur produite pénètre à une pression de quelques torr dans la cheminée d'alimentation (3) et de là dans l'ajustage (4) qu'elle quitte à une vitesse supersonique. Le gaz évacué pénètre dans la pompe par l'orifice d'admission (5) et est entraîné par le jet de vapeur. Comme le libre parcours des molécules gazeuses est grand aux basses pressions, elles entrent plus souvent en collision avec les parois qu'entre elles; il en résulte que la seule cause de l'entrée d'une molécule croit beaucoup quand elle se trouve dans le jet même.

Lorsque la vapeur entre en contact avec les parois refroidies (6), elle se condense. Le condensat s'écoule dans la chaudière (1) ou il s'évapore de nouveau, c'est à dire qu'il y a dans la pompe une circulation continue de fluide moteur. Le gaz évacué est aspiré par une pompe préliminaire raccordée à l'orifice de refoulement.

Le fonctionnement des pompes à diffusion exige des pompes à vides préliminaires (pompes mécaniques).

CHAPITRE 4

IV.1- GENERALITES SUR LA DIFFUSION

Il n'est pas exagéré de dire que les phénomènes de diffusion jouent un rôle capital en métallurgie, si nous suivons par exemple toute l'histoire d'un métal depuis son élaboration jusqu'à sa finition, nous les verrons intervenir à chaque étape.

Les transformations de phases que subissent ensuite les alliages au cours des traitements thermiques sont elles aussi à l'exception des transformations du type martensitiques contrôlées par la diffusion.

La dimension et la répartition de la nouvelle phase (Deux facteurs très importants pour les propriétés mécaniques) varient corrélativement car elles dépendent du trajet moyen que peuvent effectuer par diffusion les atomes, et donc de la température de transformation.

Il en résulte encore que la phase "précipitée" est entourée d'une zone où la "matrice" a une composition hétérogène à effet qui peut avoir de grandes conséquences pour la résistance à la corrosion par exemple. Aussi les propriétés qui déterminent l'utilisation d'un alliage dépendent fréquemment de transformations telles que précipitation, pré-précipitation (durcissement structural) passage de la solution désordonnée à un état ordonné; la vitesse de toutes ces transformations est réglée par les vitesses de diffusion, si la diffusion limite les conditions d'utilisation des métaux, inversement elle peut-être utilisée directement et en fait de nombreux procédés industriels reposent sur les phénomènes de diffusion.

Sans revenir à l'exemple des traitements thermiques (durcissement structural, revenu de la martensite ...) une des applications les plus directes est celle des traitements de surface : il s'agit soit d'un enrichissement en un élément chimique, carbone (cimentation), azote (nituration), éléments divers ("cémentations") au sens large, soit d'un dépôt ou placage dont l'adhérence exige une certaine diffusion (galvanisation, chromage, ...).

IV .2. THEORIE ET MECANISMES ELEMENTAIRES DE LA DIFFUSION

IV. 2.1 THEORIE DE LA DIFFUSION - LOI DE FICK:

Si une solution solide $A_1 - C - B_C$ séparée par une surface S en deux

domaines de concentrations différentes, est portée à haute température un temps suffisamment long, on observe une homogénéisation progressive : c diminue dans la zone initialement riche en B et augmente dans la zone riche en A.

Il y a donc des atomes de A et de B qui ont traversé la surface S : on dit qu'ils ont diffusé. L'effet macroscopique observé est le résultat global du mouvement de nombreux atomes en tous sens, dans les mouvements désordonnés des atomes B, il y en a évidemment un plus grand nombre passant de la région la plus riche en B vers la région la plus pauvre : autrement dit, la diffusion se fait dans le sens opposé au gradient de concentration.

On a pu préciser quantitativement ce phénomène. En particulier dans le cas où la concentration C varie lentement avec la distance, la loi de FICK relie de manière simple le flux \vec{J} de matière au gradient de C

$$\vec{J} = - D \overrightarrow{\text{grad}} c$$

avec D coefficient de diffusion qui ne dépend que de la nature des métaux A et B, de la concentration C et de la température.

IV.2.2. MECANISMES ELEMENTAIRES DE LA DIFFUSION

Il est intéressant de regarder l'ensemble des différents mécanismes de diffusion possibles dans un métal ou un alliage :

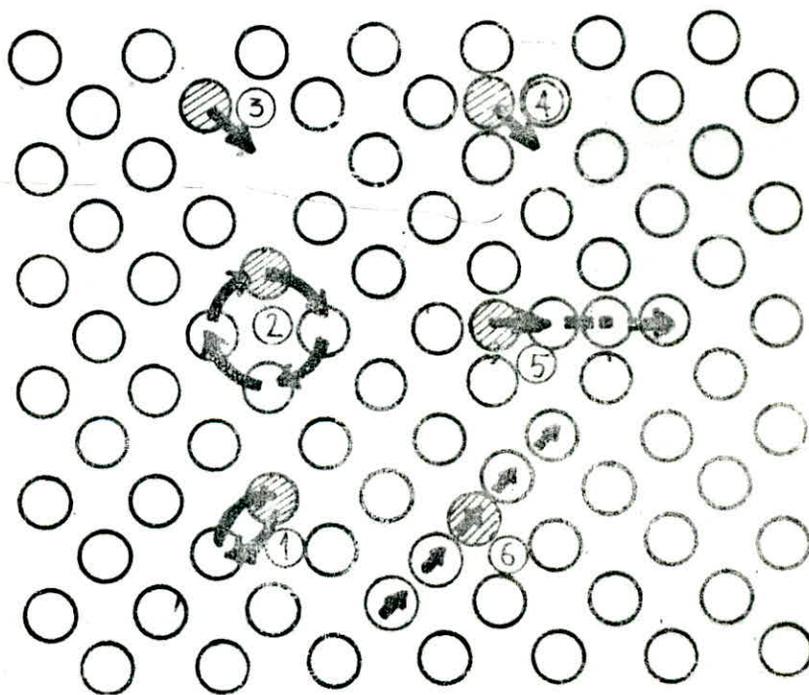
a) Mécanisme lacunaire (migration de lacunes) : c'est le cas général de l'autodiffusion dans les métaux purs, mais aussi de l'hétérodiffusion dans les solutions solides de substitution.

b) Mécanisme interstitiel direct : les atomes en insertion dans les métaux (C dans Fe ou H dans Pd) sautent directement d'un site interstitiel à un autre.

Mécanisme interstitiel indirect : ce mécanisme, un peu plus compliqué que les deux (2) cas précédents, est rencontré par exemple pour les autointerstitiels dissociés aérées par irradiation des métaux cubiques à faces centrées : un des interstitiels saute en position de substitution, expulsant l'atome correspondant en position d'insertion.

1) Mécanisme par échange direct de deux (2) atomes voisins : il est à peu près impossible à cause de la forte énergie de répulsion des couches électroniques de coeur lorsque les atomes se croisent.

2) Mécanisme par échange cyclique (ou permutation circulaire coordonnée de n atomes) : il a été invoqué pour la diffusion dans les alliages intermétalliques ordonnés, car il ne détruit pas l'ordre local.



SCHEMA DES PRINCIPAUX MECANISMES DE DIFFUSION -

1) échange simple

3) Lacunaire

5) Interstitiel indirect

2) échange cyclique

4) Interstitiel direct

6) "Crowdion"

IV.2.3. DIFFUSION INTERSTITIELLE

Ce mécanisme intéresse des éléments de petits rayons, placés dans un réseau en position interstitielle, ce n'est possible qu'avec les éléments ayant un rayon inférieur à 0,1 nm (1 Å), comme le carbone,

l'azote ou l'hydrogène dans le fer. L'atome interstitiel migre ainsi d'une position interstitielle à une autre position interstitielle sans nécessiter une trop grande déformation du réseau cristallin.

A priori, dans ce mécanisme, la présence de lacunes n'est pas indispensable, mais leur présence ne peut évidemment qu'aider la mobilité des atomes. Les coefficients de diffusion d'un élément interstitiel seront toujours plus grands que ceux des atomes de la matrice qui les contient (dans un rapport égal à $10^4 - 10^5$) sous un angle thermodynamique, et en admettant en première approximation que les lacunes n'interviennent pas, si l'on désigne par :

ΔS_{mi} l'entropie associée au mouvement des atomes interstitiels,

ΔH_{mi} l'enthalpie associée au travail isotherme nécessaire pour déplacer un atome interstitiel d'une position d'équilibre à une autre.

a le paramètre cristallin de la matrice

K la constante de BOLTZMANN

ν la fréquence de vibration des atomes qui diffusent, on suppose que

$$D = a^2 \nu \exp\left(-\frac{\Delta G}{KT}\right) = a^2 \nu \exp\left(\frac{\Delta S_{mi}}{K}\right) \exp\left(-\frac{\Delta H_{mi}}{KT}\right)$$

théoriquement la courbe de $\ln D = f\left(\frac{1}{T}\right)$ est une droite dont la pente représente le terme H_{mi}/K , l'ordonnée à l'origine de cette même droite permet la lecture du coefficient D_0 tel que :

$D_0 = a^2 \nu \exp(\Delta S_{mi}/K)$ et de calculer par suite, l'entropie de migration ΔS_{mi} .

IV.2.4. COURTS - CIRCUITS DE DIFFUSION

Certains éléments du cristal peuvent représenter des voies de diffusion plus faciles que le réseau cristallin lui-même. De tels éléments sont fréquemment dénommés "courts circuits" de diffusion par référence à la diffusion intracrystalline pure et normale. Ces courts circuits peuvent être des dislocations isolées, des parois de dislocations (sous joints) ou des surfaces : joints de grains, surface extérieure du cristal...

Si la diffusion est plus facile le long de ces courts circuits, c'est que ceux-ci sont caractérisés par une énergie d'activation Q' plus basse que l'énergie d'activation Q caractéristique de la diffusion intercrystalline "pure".

La superposition des deux phénomènes donnera lieu à la mesure d'un coefficient de diffusion D apparent qui ne suivra pas une loi

d'ARRHENIUS, sa variation avec T sera caractérisée par une énergie Q à haute température, une énergie Q' plus faible à basse température (fig.1); cette anomalie apparaît nettement si l'on compare la variation de D dans les échantillons polycristallins à des monocristaux, dans ce dernier cas, on vérifie la loi d'ARRHENIUS avec la seule énergie d'activation.

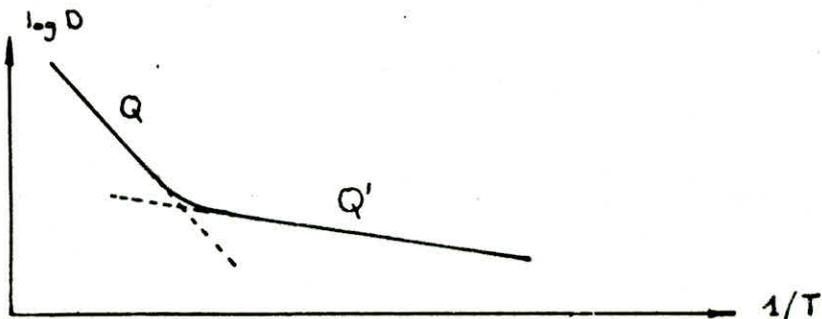


Fig.1. variation du logarithme du coefficient de diffusion avec l'inverse de la température absolue mettant en évidence un processus de diffusion à basse température d'énergie d'activation Q' inférieure à l'énergie d'activation de la diffusion intracrystalline Q

IV.2.5. DIFFUSION DU CARBONE DANS LE FER:

Pour la diffusion du carbone dans le fer , les valeurs de D_0 et Q sont indiqués sur le tableau suivant :

METAL	ELEMENT DISSOUT	D_0 EN cm^2/S	Q en CAL/mole
αFe	autodiffusion	2300	73200
δFe	" "	5,8	74200

La solubilité du carbone dans le fer α est faible et le coefficient de diffusion D ne dépend donc pratiquement pas de la concentration mais la détermination expérimentale du coefficient de diffusion du carbone dans le fer α est délicate.

On sait que dans le fer α aussi bien que dans le fer δ la diffusion des atomes de carbone qui sont très petits est interstitielle. Cependant, la vitesse de diffusion du carbone dans le fer α est beaucoup plus grande que dans le fer δ (à la même température) l'ordre de grandeur du rapport des vitesses est de l'ordre de 100. S'il est vrai que le coefficient de diffusion D du carbone dans le fer α ne dépend pas de la concentration, vu la faible solubilité du carbone, il n'en va pas de même dans le fer δ où la limite de solubilité du carbone peut atteindre 1,7 % (pourcentage pondéral) ,

Il résulte de certaines expériences effectuées sur ce contexte que le facteur de fréquence D_0 et l'énergie d'activation de la diffusion du carbone dans le fer δ diminuent quand la concentration en carbone augmente (fig. a - b).

IV.3 Application directe de la résolution de l'équation de FICK pour le régime transitoire, au phénomène de décarburation.

L'équation de FICK pour le régime transitoire ou seconde équation de FICK est donnée par :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2}$$

Pour D constant :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2}$$

Si on impose une concentration constante C_0 de l'élément diffusant à la surface - c'est le cas des surfaces en contact avec une atmosphère ou cet élément se trouve à pression partielle constante - la résolution de la deuxième équation de FICK donne :

$$c = c_0 \cdot \left(1 - \Theta \left(x / 2 \sqrt{Dt} \right) \right) \quad (**)$$

ou

$$\Theta \left(x / 2 \sqrt{Dt} \right) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{x / 2 \sqrt{Dt}} e^{-\lambda^2} d\lambda$$

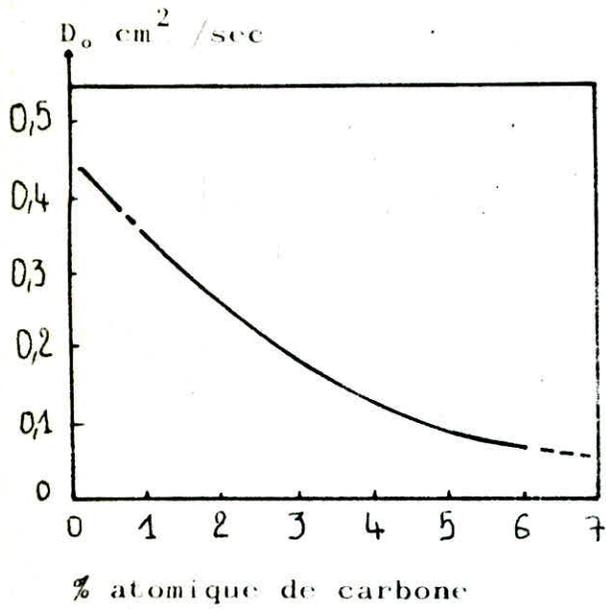
Dans le cas d'un élément interstitiel de concentration C_1 dans le métal (cas du carbone dans le fer), si celui-ci est chauffé dans le vide, la concentration superficielle C_0 sera nulle, et dans certaines conditions aux limites l'équation (*) devient :

$$C = C_1 \cdot \Theta \left(x / 2 \sqrt{Dt} \right)$$

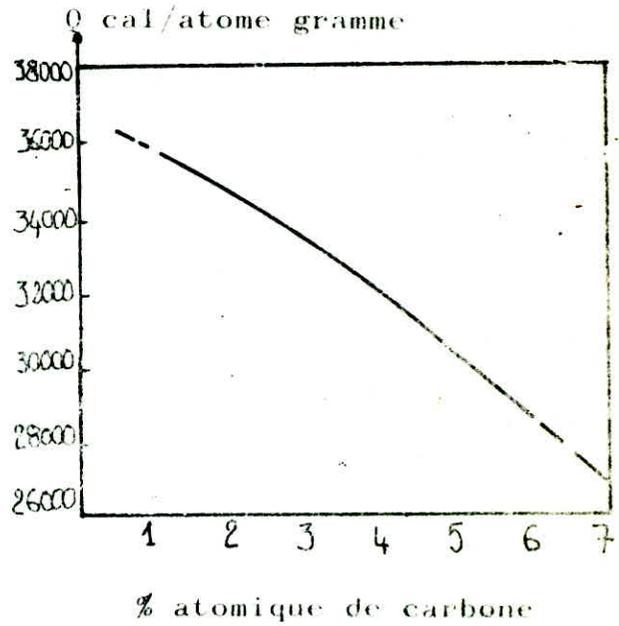
Les expériences classiques de décarburation des pièces sont généralement régies par cette relation, aux conditions aux limites précédemment mentionnées.

Les données des figures a - b ainsi que la relation :

$D = D_0 (e^{-Q/RT})$, permettent de calculer facilement le coefficient de diffusion D en fonction de la température et de la concentration en carbone (pour les alliages fer - carbone en phase γ)



a - Diffusion du carbone dans le fer γ relation entre D_0 et la concentration.



b - Diffusion du carbone dans le fer γ relation entre Q et la concentration.

CHAPITRE 5

V.1. MALLEABILISATION PAR DECARBURATION DE LA FONTE BLANCHE

BUT : A l'état liquide la fonte est plus fluide que l'acier, d'autre part la température de coulée est de 200° ou 300° plus basse donc plus aisée à obtenir industriellement.

La fonte même blanche est donc plus apte que l'acier à la réalisation précise des petites pièces moulées de forme compliquées.

D'où l'idée fort simple de couler ces pièces en fonte blanche et de donner ensuite au produit moulé une bonne capacité de déformation en détruisant la cémentite dure et fragile par un traitement thermique de recuit.

Au cours de ce traitement le carbone précipite sous forme de nodules plus ou moins déchiquetées appelés parfois "crabe" dont l'effet d'entaille est bien inférieur à celui des lamelles de graphite de la fonte grise. Cet effet d'entaille fragilisant est cependant supérieur à celui des sphérules régulières de graphite de la fonte G.

Le traitement consiste à emballer les pièces moulées en fontes blanches hypoeutectique dans du minerai de fer (oxyde ferrique Fe_2O_3) et à les chauffer au "rouge-jaune" pendant plusieurs jours.

Le carbone est éliminé par oxydation superficielle. La décarburation ne peut-être totale, et à coeur, que sur des pièces minces.

La fonte ainsi obtenue est dite malléable à coeur blanc ou malléable à matrice ferritique.

Il est à remarquer que ce traitement a été abandonné en raison de la durée de traitement (4 à 5 jours) mais surtout en raison de l'application d'une méthode moins onéreuse qui consiste à faire passer le carbone totalement sous forme de graphite de recuit (graphitisation), celui-ci est sous forme d'amas appelées nodules qui n'empêchent pas une déformation permanente importante du métal.

V.2. LA DECARBURATION ET LE DEGAZAGE

La décarburation s'accompagne d'un dégazage (H, O, N). L'azote et l'oxygène sont contenus dans les fontes et les aciers sous forme d'inclusions non métalliques fragiles (ex. FeO , SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_4N ...)

de solution solide ou à l'état libre dans des volumes défectueux du métal (retassures, criques, etc...). Les inclusions d'insertion (azote, oxygène) en se concentrant aux joints de grains, forment le long de ces joints des nitrures et des oxydes en élevant ainsi le seuil de fragilité à froid et en altérant la résistance à la rupture fragile. Les inclusions non métalliques (oxydes, nitrures, scories etc...) étant des concentrateurs de contraintes sont susceptibles de réduire sensiblement, -si leur quantité est importante, où s'ils s'accumulent en agrégats - la limite de fatigue et la résilience.

L'hydrogène dissout est un élément très nocif qui exerce une forte action fragilisante. Absorbé pendant la fusion l'hydrogène non seulement rend l'acier plus fragile mais détermine dans les laminés et les grosses pièces de forge la formation des flocons qui altèrent les propriétés mécaniques.

Si on chauffe sous un vide de (10^{-2} à 10^{-3}) mm Hg il se produit en plus de la décarburation, un dégazage (H, O, N)

Ce dégazage en éliminant ces éléments, améliore le seuil de fragilité à froid, la résistance à la rupture ainsi que la résilience. On peut dire que la décarburation est une forme de dégazage.

V.3. LA DECARBURATION DANS LES FOURS SOUS VIDE

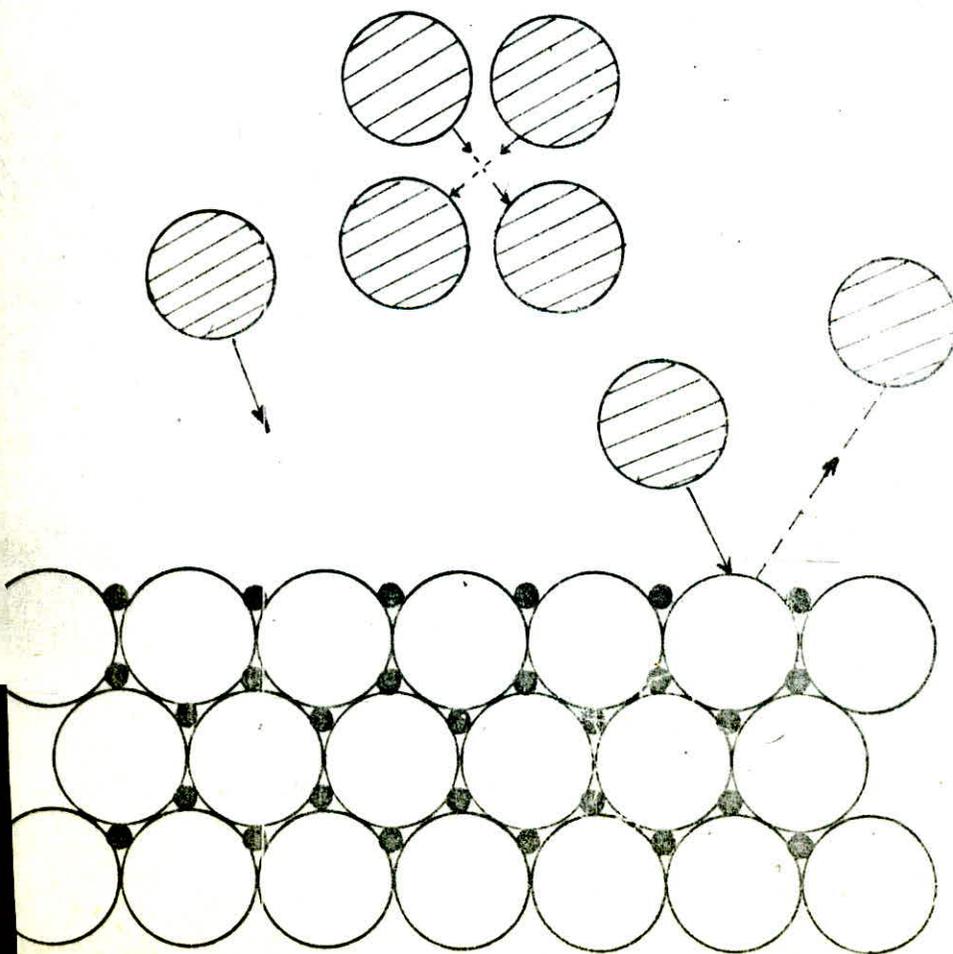
La décarburation qui se produit dans les fours sous vide est considérée comme un inconvénient de ce genre de matériel. Travailler sous vide poussé entraîne automatiquement ce phénomène dans l'importance est lié directement, à la température, au temps de maintien et à la pression à laquelle on opère.

CHAPITRE 6

EXPLICATION DU PHENOMENE DE DECARBURATION SOUS VIDE POUSSE

Dans une enceinte ou régne une pression atmosphérique ou une pression plus grande, la probabilité de rencontrer un atome est sensiblement égale à 1. Il est donc évident (et ce à haute température) en considérant la théorie des sphères tangentes que l'énergie nécessaire pour enlever un atome de la surface d'un corps dans une telle atmosphère est beaucoup plus supérieure à celle qui nécessiterait le départ du même atome sous vide poussé. Ceci s'expliquant de la manière suivante :

Dans une enceinte ou les particules élémentaires sont rares (vide) les collisions entre atomes de la surface du corps et de l'atmosphère sont très réduites d'où la chute considérable de l'énergie d'activation.



Les atomes de carbone (de la surface de la pièce) qui occupent des sites interstitiels diffusent vers l'extérieur sous l'effet de la basse pression régnant dans l'enceinte. Le départ du carbone en interstice fait apparaître le phénomène lacunaire qui favorise la diffusion des atomes interstitiels se trouvant au voisinage de ces lacunes.

Le phénomène évolue vers le cœur de la pièce, fonction de la température et de la pression.

À la température supérieure à celle du palier eutectique les phases en présence sont : l'austénite (CFC) et le graphite.

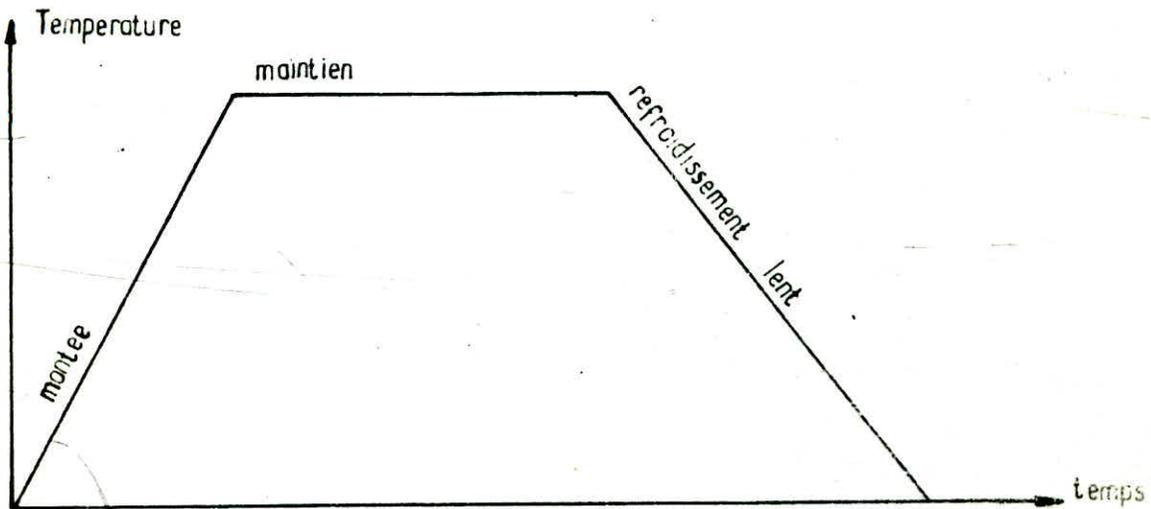
C'est le carbone interstitiel de l'austénite qui diffuse car l'énergie d'activation nécessaire à la diffusion du carbone du graphite est beaucoup plus importante dans les mêmes conditions de Température et de pression.

MODE OPERATOIRE

Dans notre étude nous avons utilisé des échantillons cylindriques normalisés de 22,5 mm de diamètre, et de 15 mm de hauteur (ce choix a été dicté par les dimensions du porte échantillon).

On a procédé aux essais suivants :

Cycle avec refroidissement lent :



avec ce cycle thermique nous avons procédé de deux (2) manières :

1) La température est fixée et le temps de maintien variable :

$$T = 1000^{\circ}\text{C}$$

t : temps de maintien

$$1 \leq t \leq 10 \quad \text{avec un pas de 1 h}$$

Le refroidissement se fait dans le four.

2) La température est variable et le temps de maintien est constant

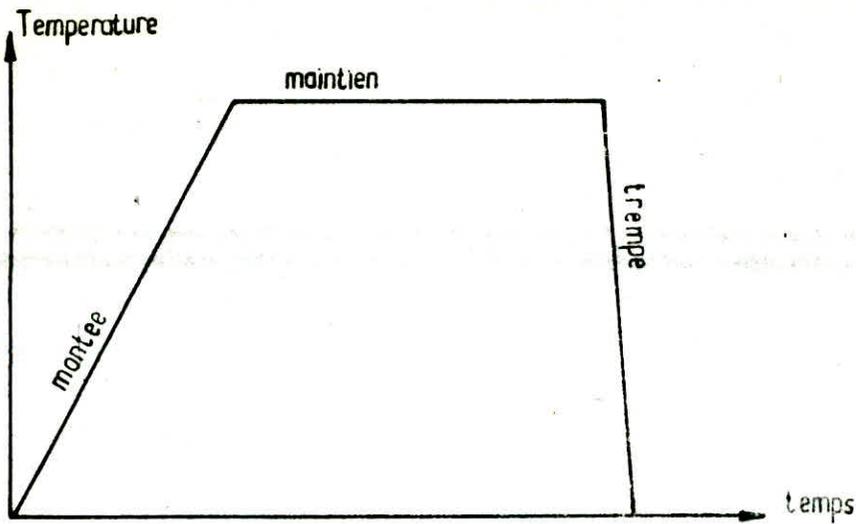
$$t = 5 \text{ h}$$

$$800^{\circ} \leq T \leq 1100^{\circ} \quad \text{avec un pas de } 100^{\circ}\text{C}$$

Ces deux manipulations nous permettent de connaître :

- Les phases en présence après traitement
- Le tracé des graphes de dureté de la couche décarburée
- Le % en carbone de celle-ci.

Cycle avec refroidissement rapide:



Le refroidissement rapide (trempe à l'eau) nous a servi essentiellement au calcul de la couche décarburée et ce en exploitant les résultats de la microdureté.

A remarquer que les paramètres (température, temps de maintien, vide) sont les mêmes que ceux pris pour le refroidissement lent.

EVOLUTION DU VIDE AVEC LE TEMPS DE POMPAGE :

De prime à bord nous tenons à signaler qu'il est très difficile de maintenir ce paramètre constant, car il n'y a aucun moyen de régulation.

Le vide dépend essentiellement du temps de fonctionnement des pompes implicitement du temps de maintien et de sa température.

Nous avons donc travaillé à un vide fixé par le temps de pompage avant de commencer le maintien.

Pour cela la procédure est la suivante :

- Le pompage préliminaire dure 1h pour arriver à 10^{-2} mbar
- Le pompage secondaire dure 30 min. (four éteint) afin d'arriver à un vide de $2,4 \cdot 10^{-4}$ mbar
- La durée du chauffage dépend de la température du palier. Comme le temps de pompage dépend de la durée de chauffage, plus la température du palier est élevée plus le temps de chauffage est grand.

TEMPERATURE DU PALIER (°c)	DUREE DE LA MONTEE (min)
800	100
900	110
1000	120
1100	150

Au cours du maintien (palier) le vide augmente. C'est pour cela que nous avons relevé le vide au début et à la fin de chaque palier.

* Température constante $T = 1000^{\circ}\text{C}$; le temps de maintien variable

TEMPS DE MAINTIEN A PARTIR DU DEBUT DE PALIER (h)	VIDE INDIQUE AU DEBUT DU PALIER (mbar)	VIDE INDIQUE A LA FIN DU PA- LIER (mbar)
1	$5,5 \cdot 10^{-5}$	$4,1 \cdot 10^{-5}$
2	" "	$3,5 \cdot 10^{-5}$
3	" "	$3 \cdot 10^{-5}$
4	" "	$2,5 \cdot 10^{-5}$
5	" "	$2 \cdot 10^{-5}$
6	" "	$1,6 \cdot 10^{-5}$
7	" "	$1,3 \cdot 10^{-5}$
8	" "	$1,1 \cdot 10^{-5}$
9	" "	$9 \cdot 10^{-6}$
10	" "	$8 \cdot 10^{-6}$

* Temps de maintien constant $t = 5h$, température variable.

TEMPERATURE DU PALIER (°c)	VIDE INDIQUE AU DEBUT DU PALIER (mbar)	VIDE INDIQUE A LA FIN DU PALIER (mbar)
800	$5,8 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$
900	$5,6 \cdot 10^{-5}$	$2,3 \cdot 10^{-5}$
1000	$5,5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
1100	$5,3 \cdot 10^{-5}$	$1,9 \cdot 10^{-5}$

Etant donné qu'il est très difficile d'exploiter les résultats ainsi, nous avons décidé de prendre la moyenne du vide entre le début et la fin de chaque palier et nous pouvons dire que pour tel temps de maintien ou à telle température nous avons travaillé sous ce vide moyen.

Donc :

DUREE DU PALIER (h)	VIDE MOYEN (mbar)
1	$4,8 \cdot 10^{-5}$
2	$4,5 \cdot 10^{-5}$
3	$4,25 \cdot 10^{-5}$
4	$4 \cdot 10^{-5}$
5	$3,75 \cdot 10^{-5}$
6	$3,55 \cdot 10^{-5}$
7	$3,4 \cdot 10^{-5}$
8	$3,3 \cdot 10^{-5}$
9	$3,2 \cdot 10^{-5}$
10	$3,15 \cdot 10^{-5}$

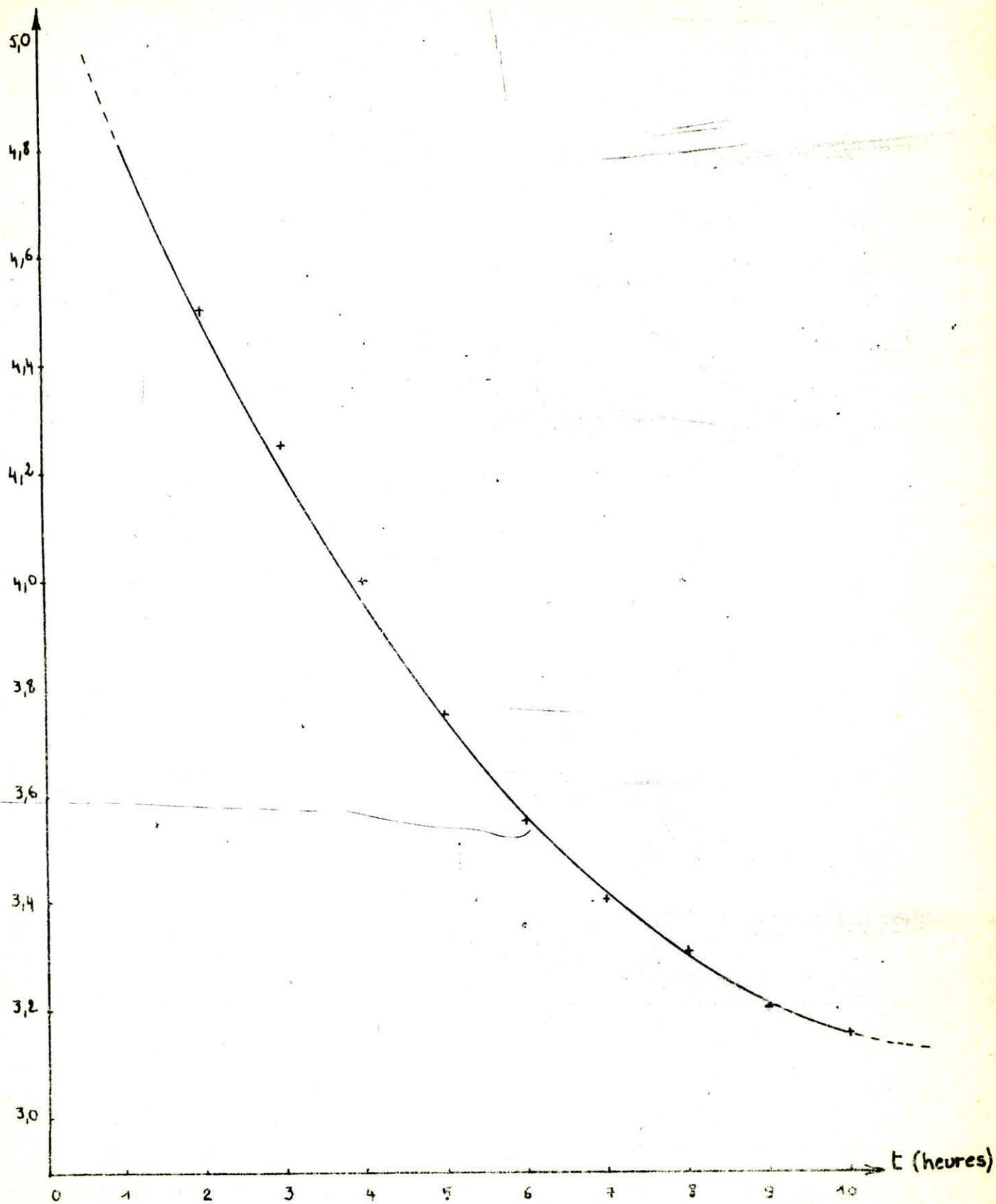
TEMPERATURE DU PALIER (°c)	VIDE MOYEN (mbar)
800	4,15 10^{-5}
900	3,95 10^{-5}
1000	3,75 10^{-5}
1100	3,6 10^{-5}

On remarque, que le vide évolue d'une certaine manière; de ce fait 1 h de pompage préliminaire suffit pour passer de la pression atmosphérique a une pression de 10^{-2} mbar; et 30 min de pompage secondaire (four éteint) suffit pour passer d'une pression de 10^{-2} mbar à 2×10^{-4} mbar.

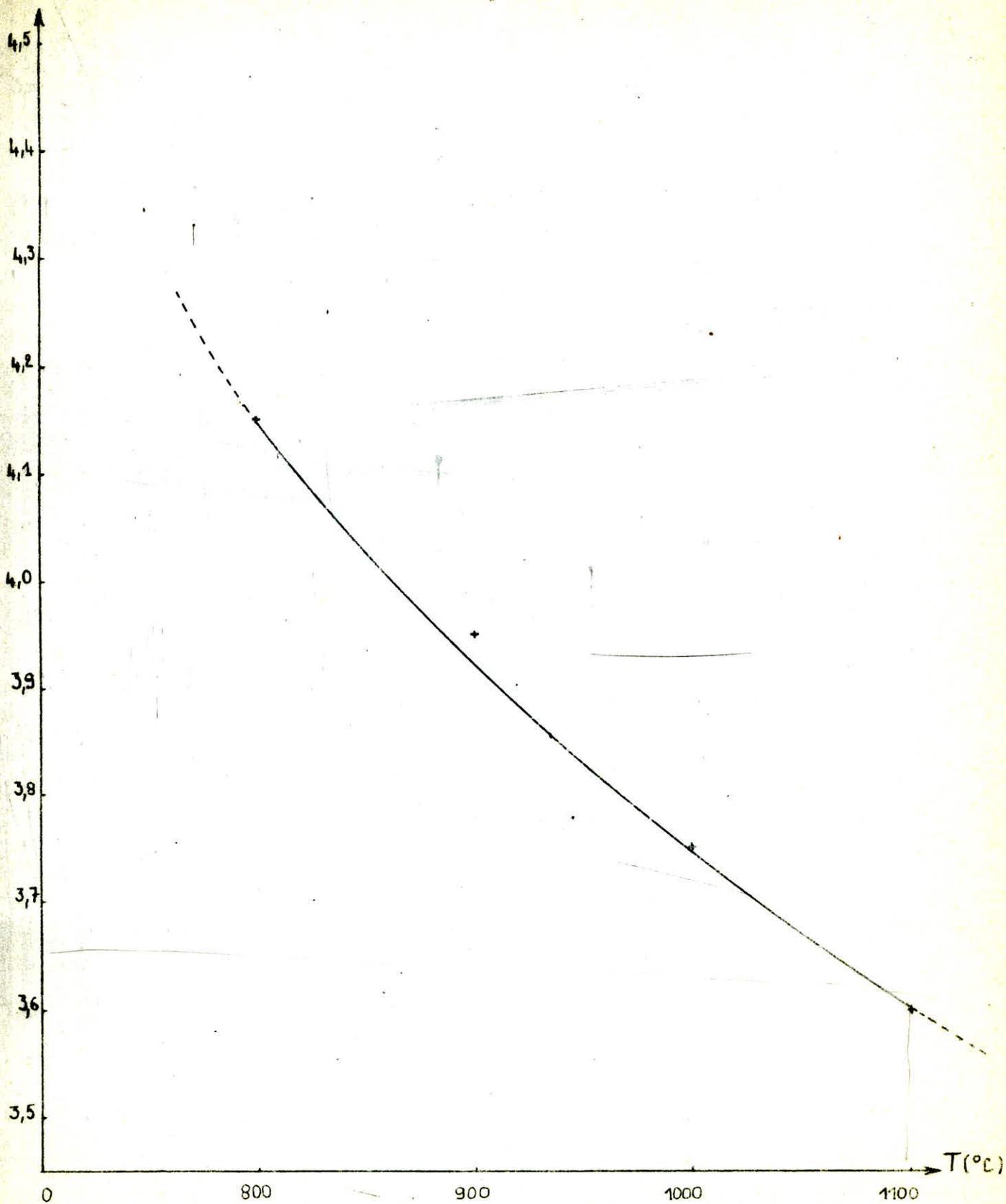
Après la montée en température le vide se trouve dans le domaine des 10^{-5} . Or durant le temps de maintien le vide évolue plus lentement, cela est dû essentiellement au dégazage qui se produit durant le traitement, il y a accroissement des particules dans l'enceinte chose qui empêche le vide de progresser de la même manière que durant la phase initiale de pompage.

On peut considérer donc le dégazage (en général) comme un "casse vide".

P (10^{-5} mbar)

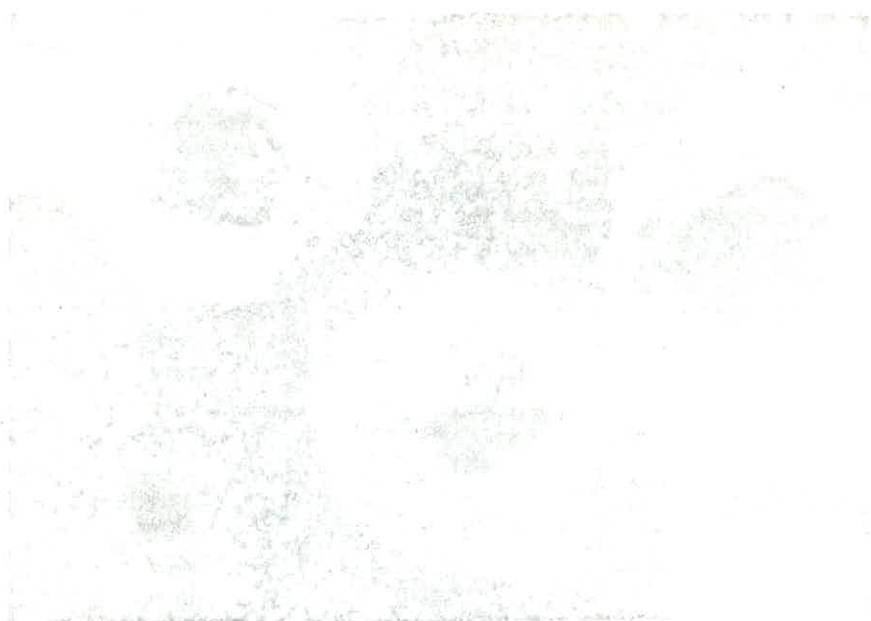


$P (10^{-5} \text{ mbar})$



* Phases en présence après décarburation :

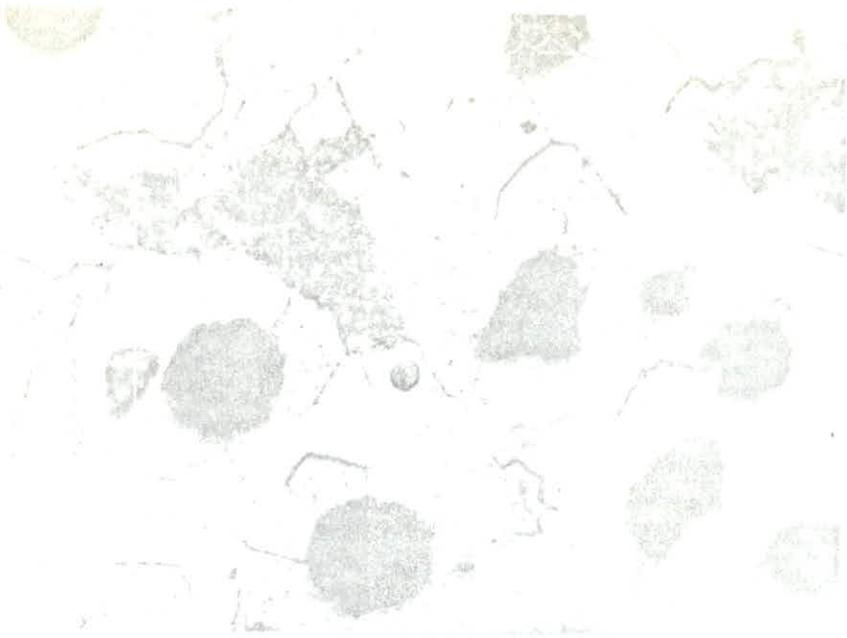
On s'intéresse à la surface de la couche décarburée :



BRUI DE COUPE



T = 1000°C, t = 1 h



T = 1000°C, t = 4 h



T = 1000°C, t = 6 h



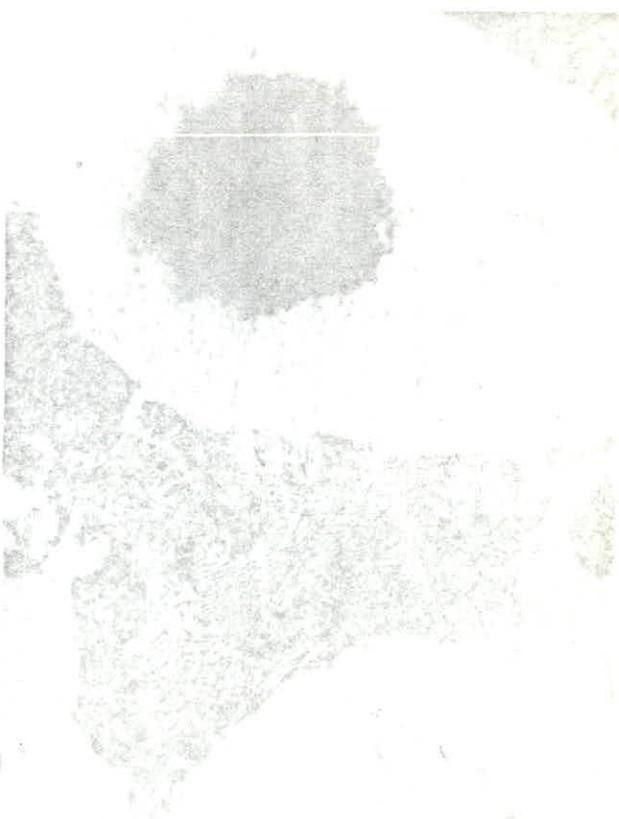
T = 1000° c, t = 9 h



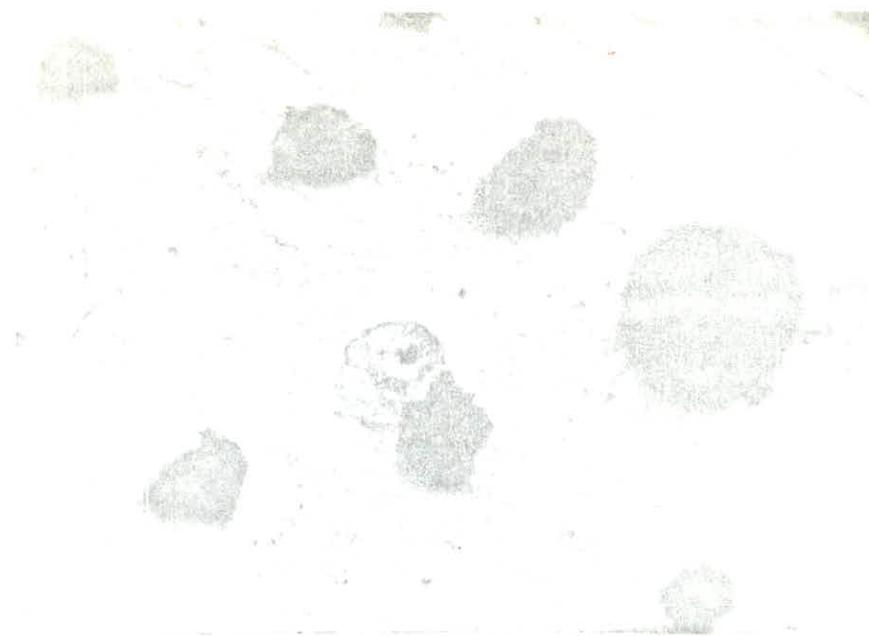
T = 1000°c, t = 10 h



T = 900°C, t = 5 h



T = 800°C, t = 5 h



T = 1000°C, t = 5 h



T = 1100°C, t = 5 h

Influence du temps de maintien :

La structure brut de coulée est ferrito-perlitique dite "bull eye", le graphite à une bonne sphéroidisation.

- Les échantillons de 1,2,3,4 heures de maintien présentent toujours une structure ferrito-perlitique mais elle n'est plus du type "bull eye" et on remarque ce qui est beaucoup plus important, que la quantité de perlite diminue très sensiblement (les moyens ne nous ont pas permis de procéder à la méthode de calcul des pourcentages des phases).

Le phénomène qui s'est produit peut s'expliquer ainsi :

A température ambiante la structure est ferrito-perlitique, dans le domaine austénitique, nous sommes en présence de graphite et d'austénite; c'est le carbone de celle-ci qui diffuse du fait que le graphite est la forme la plus stable du carbone.

L'austénite n'étant plus aussi sursaturée qu'avant traitement.

C'est ainsi qu'au refroidissement, il n'y a pas autant de carbone pour reconstituer la quantité initiale de perlite.

- Les échantillons de 5,6,7,8,9,10 heures présentent une matrice ferritique les échantillons de 8,9,10 heures présentent néanmoins du graphite décheté mais en infime quantité alors que la plus grande partie du graphite reste speroidal.

Le phénomène peut s'expliquer ainsi :

* La matrice est ferritique car la quantité de carbone qui a diffusé est importante, ce qui se répercute directement sur la quantité de perlite, et de là, la disparition de celle-ci.

* Le graphite sphéroidal est très stable mais la haute température le temps de maintien assez long, et le vide sans cesse croissant vient à bout de certaines sphéroides.

Influence de la température :

- Les échantillons maintenus à 800°C et 900°C pendant 5 heures présentent toujours une matrice ferrito perlitique qui n'est plus similaire à celle du brut de coulée, la quantité de perlite diminue mais ne disparaît pas entièrement contrairement à l'échantillon de 1000°, cela est dû à la température qui agit directement sur le phénomène de diffusion.

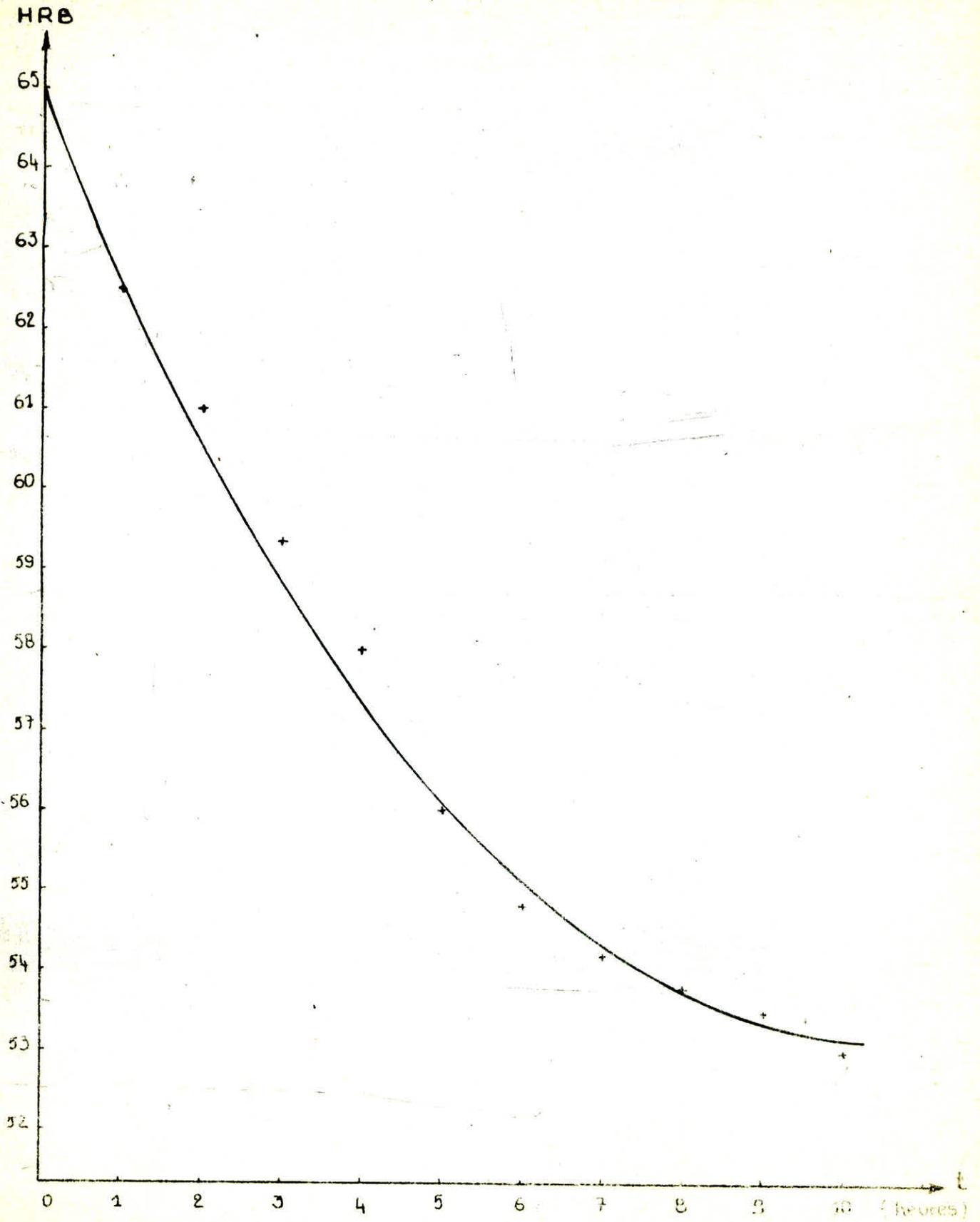
- Par contre celui de 1100°, présente une matrice ferritique ce qui confirme bien la grande influence de la température.

* Evolution de la dureté de la surface de la couche décarburée :

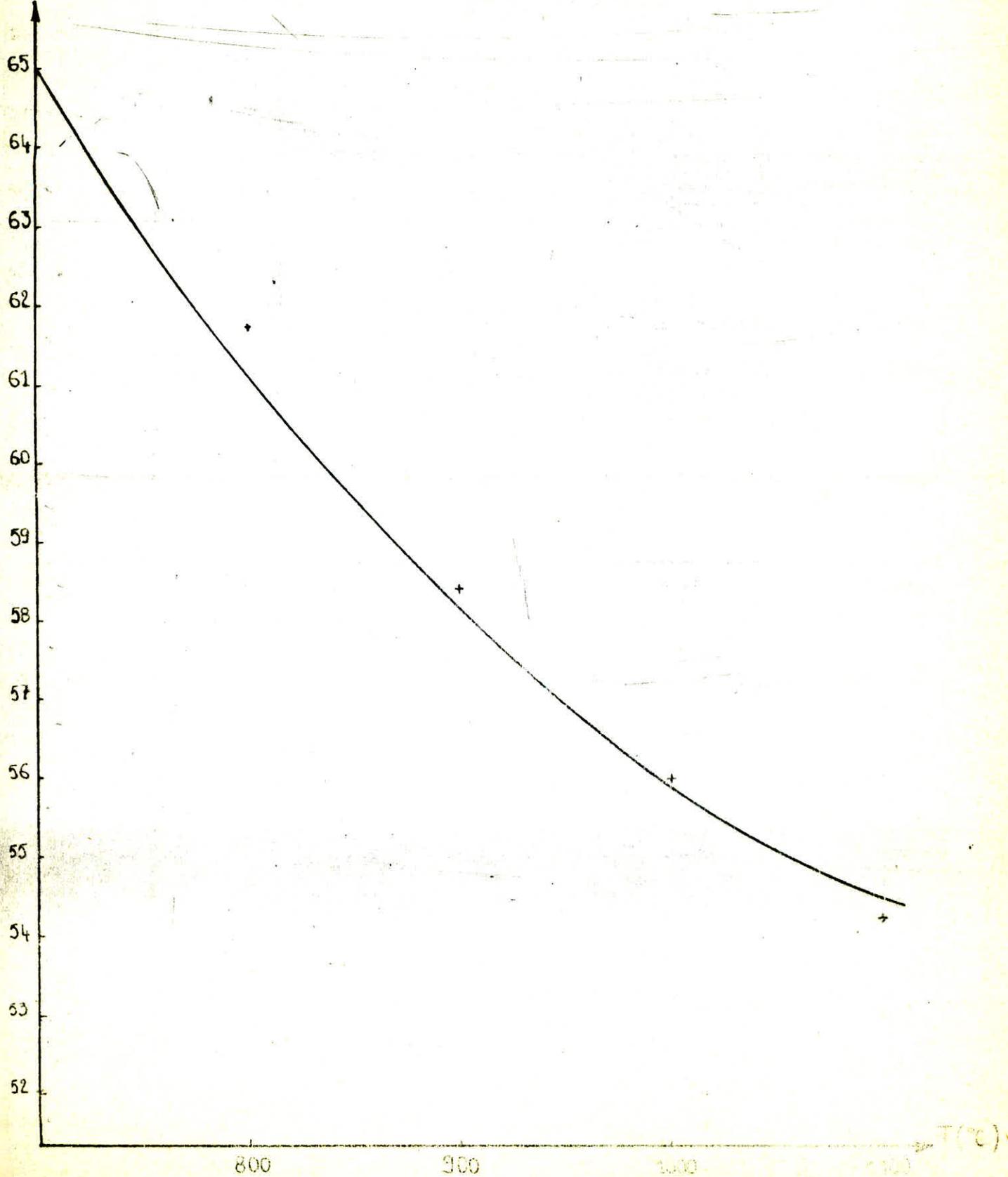
Le brut de coulé à une dureté de 65 HRB

TEMPS DE MAINTIEN	HRB
1	62,5
2	61
3	59,4
4	58
5	56
6	54,8
7	54,2
8	53,8
9	53,5
10	53

T° DE PALIER	HRB
800	61,8
900	58,4
1000	50
1100	54,2



HRB



La baisse de dureté est liée directement à la structure. La perlite étant formée de ferrite (douce) et de cémentite Fe_3C (carbure très dur), il est normal que la moyenne des 10 essais effectués à des endroits différents de la surface, soit décroissante car comme on l'a vu précédemment la quantité de perlite diminue jusqu'à disparaître totalement. Quand la structure est totalement ferritique, la dureté de la ferrite dépend directement du taux de carbone qu'elle contient.

La courbe HRB = f(t) montre que la dureté décroît rapidement ensuite qu'elle a tendance à se stabiliser.

* Pourcentage en carbone à la surface de la couche décarburée :

Un microanalyseur à sonde électronique est généralement utilisé pour déterminer le gradient de concentration en carbone, cependant de fait de l'indisponibilité de cet appareil, on eu recours à une méthode un peu moins rigoureuse, mais néanmoins très fiable (cet appareil est utilisée par SNVI pour déterminer le % en C des pièces).

Cette méthode consiste à faire passer 0,5 grammes de l'échantillon en copeaux (obtenus à l'aide d'une balance de très grande précision) en présence d'une quantité de cuivre en poudre en guise de catalyseur; sous un courant d'oxygène à 300°C. La lecture du pourcentage en carbone se fait directement par affichage du résultat. La précision est de 1/1000 de %. L'échantillon brut de coulée à un % en carbone égal à 3,3%.

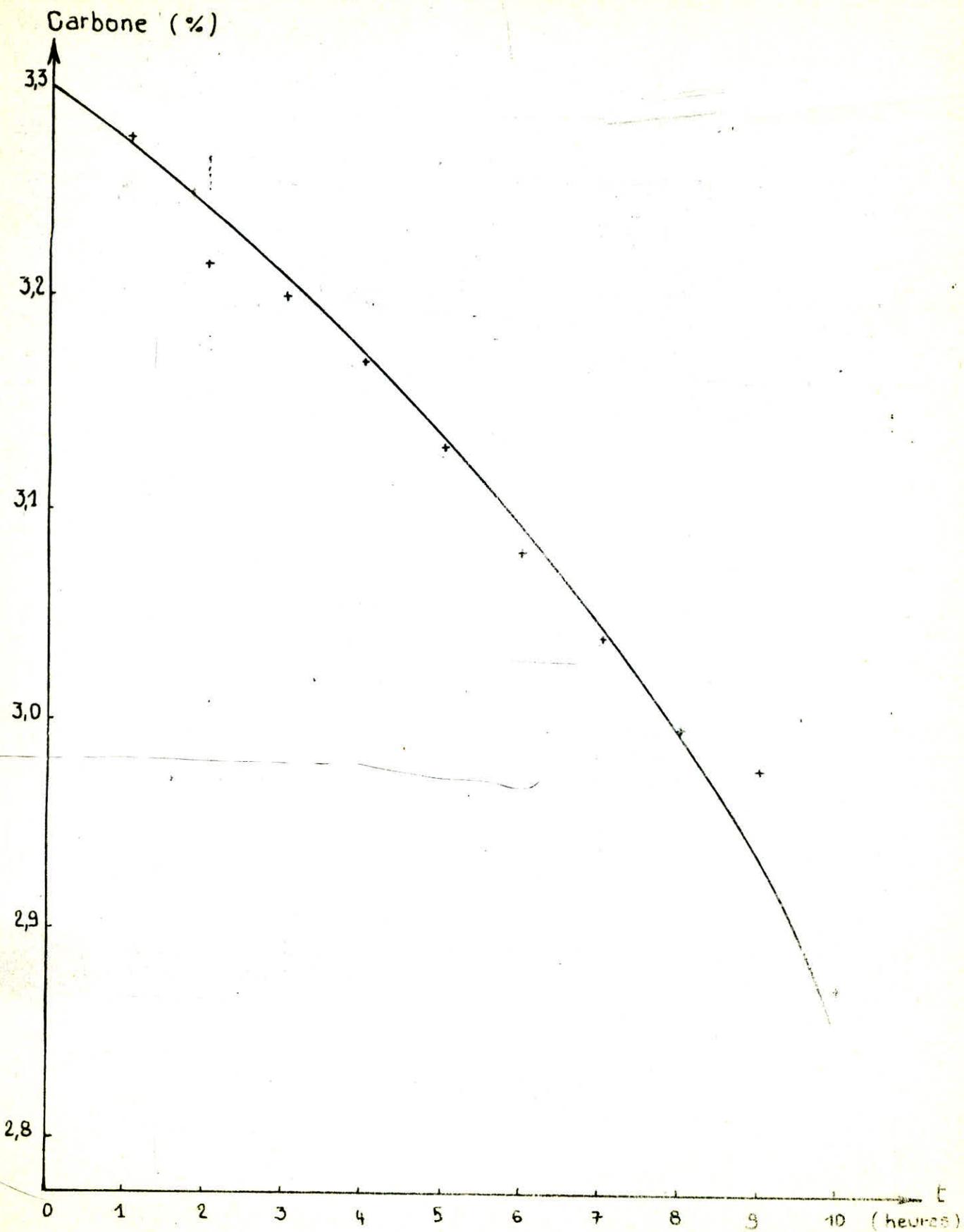
T = 1000°C

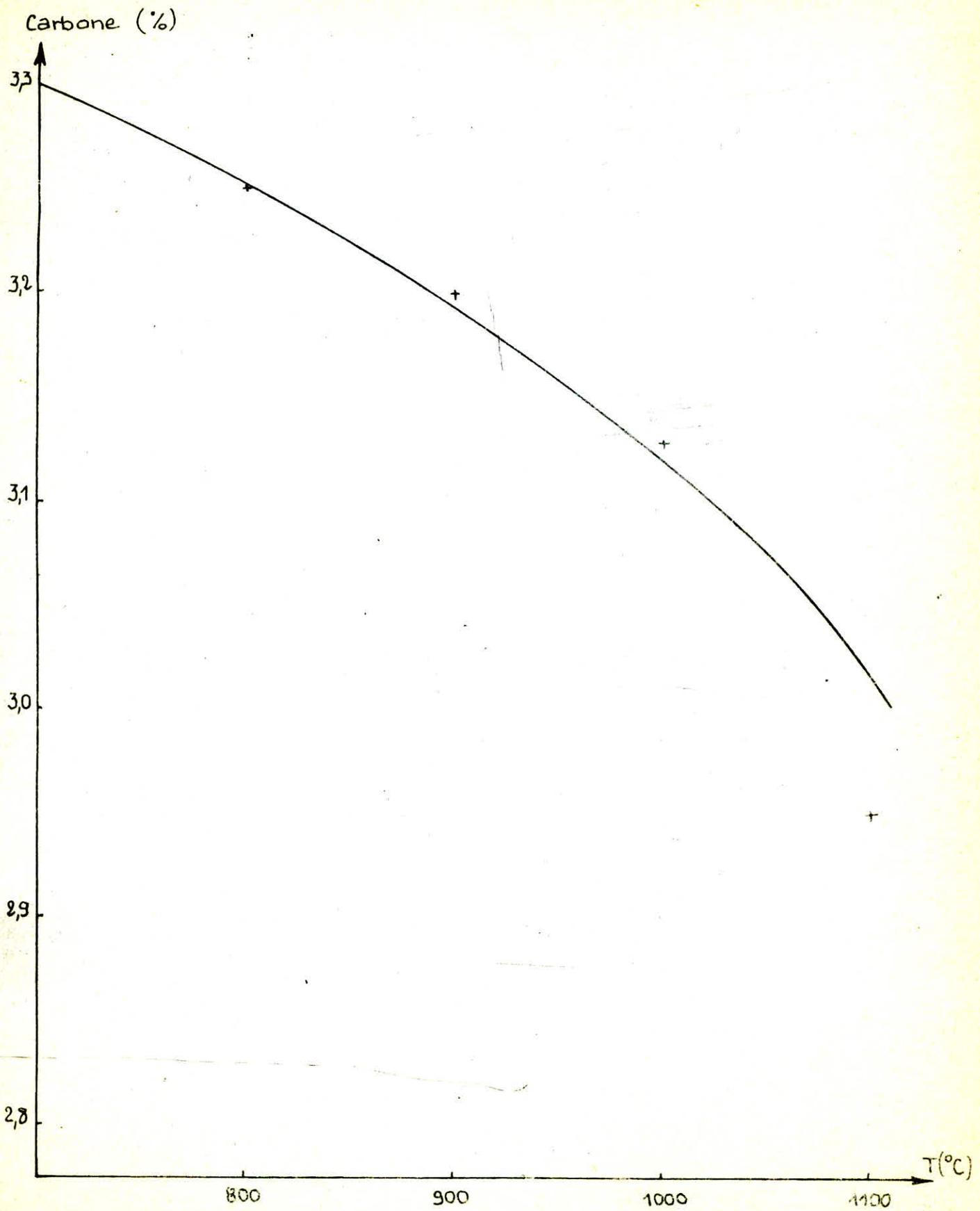
t = 5 h

DUREE DU PALIER EN (h)	% EN c
1	3,275
2	3,23
3	3,2
4	3,17
5	3,13
6	3,08
7	3,04
8	2,997
9	2,976
10	2,872

TEMPERATURE DU PALIER EN (fC)	%EN c
800	3,25
900	3,22
1000	3,13
1100	2,95

Les 2 courbes $\%c = f(T^\circ)$ et $\%c = f(t)$ montrent que le pourcentage en carbone à la surface de l'échantillon diminue en fonction du temps de maintien et de la température, ceci étant dû à la diffusion du carbone vers l'extérieur ainsi il se produit le passage de la structure ferrito-perlitique à la structure ferritique.





* Calcul de l'épaisseur de la couche décarburée :

Pour calculer l'épaisseur de cette couche nous avons utilisé la trempe à l'eau

- Justification du choix de la méthode :

La martensite est considérée comme de la ferrite sursaturée en carbone. C'est le taux élevé de carbone dans cette ferrite qui confère à la martensite sa grande dureté, de ce fait une austénite appauvrie en carbone ayant subi une trempe conduit inévitablement à une martensite de dureté plus faible.

Les aciers doux ne sont pas trempables car ils n'ont pas la teneur requise en carbone pour obtenir une sursaturation de cette ferrite (martensite) après trempe; ce qui justifie le raisonnement.

- Les transformations martensitiques se déroulant sans diffusion (glissement), le % en c de la phase après trempe ne diffère point de celui de la phase mère qui lui a donné naissance.

On peut dire ainsi que le choix de cette méthode est justifié.

* Exploitation des résultats de la microdureté

On a procédé (en parallèle) à des trempes aux différentes températures pour un temps de maintien donné (2 heures) dans un four ne travaillant pas sous vide. Après ces traitements thermiques on s'est intéressé à la dureté HV de la martensite ainsi obtenue, afin de connaître la "fourchette" de la microdureté de celle-ci.

Grâce à cette opération, on a pu connaître la valeur "normale" d'une martensite (920 HV - 700 HV).

Comme notre méthode consiste à recueillir les duretés HV de l'extérieur vers l'intérieur de la pièce avec un pas de 0,5 mm, on s'arrête lorsque la valeur de la microdureté correspond à celle d'une martensite

"normale" et on estime que la décarburation n'a pas atteint cette profondeur quand la valeur limite se trouve dans un intervalle (ex : 550 - 750 HV) on fait appel à une grande précision (0,05 mm) afin de déterminer cette couche avec une meilleure précision.

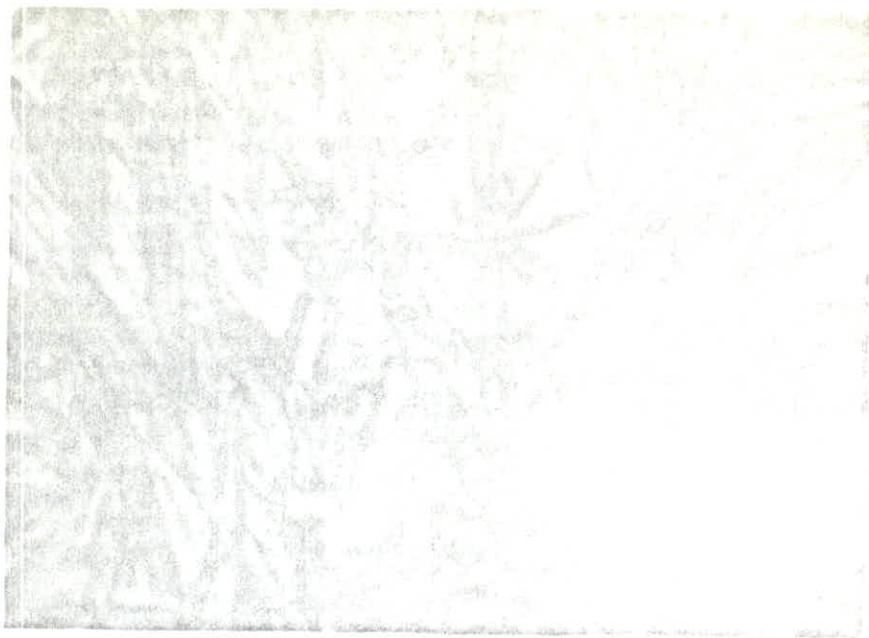
$T^{\circ} = 1000^{\circ}\text{C}$, t variable

$t = 5\text{H}$, T variable

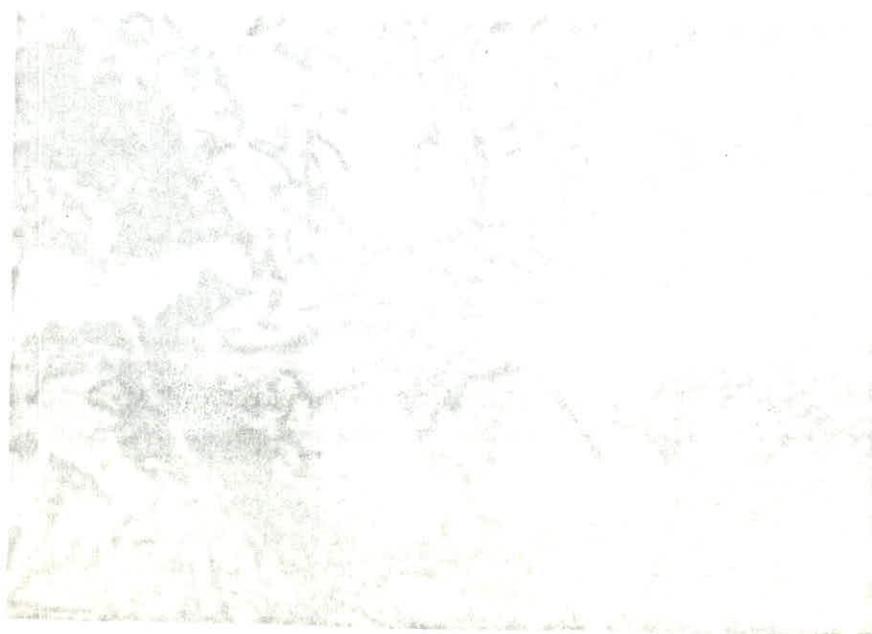
DURÉE DU PALIER (h)	EPAISSEUR (mm)
1	0,75
2	1,3
3	2,15
4	2,7
5	3,25
6	4,05
7	4,08
8	5,85
9	6,85
10	7,8

TEMPERATURE DU PALIER ($^{\circ}\text{C}$)	EPAISSEUR (μm)
800	0,06
900	0,18
1000	0,325
1100	0,5

A remarquer que l'épaisseur de la couche de l'échantillon de 10 h a été calculée par extrapolation, car l'épaisseur est supérieure à la hauteur de l'échantillon donc on peut dire que la décarburation a atteint même le cœur de la pièce.

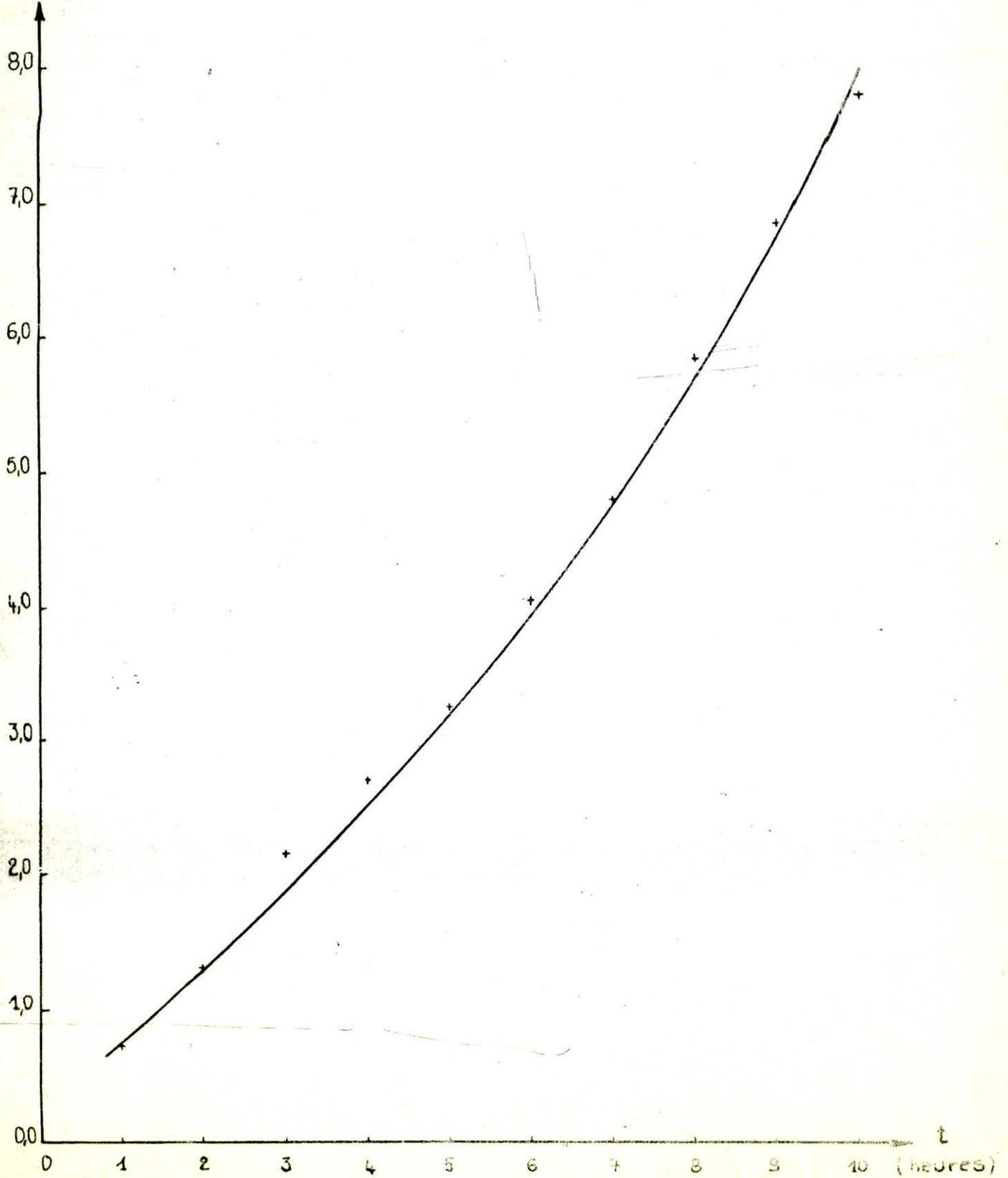


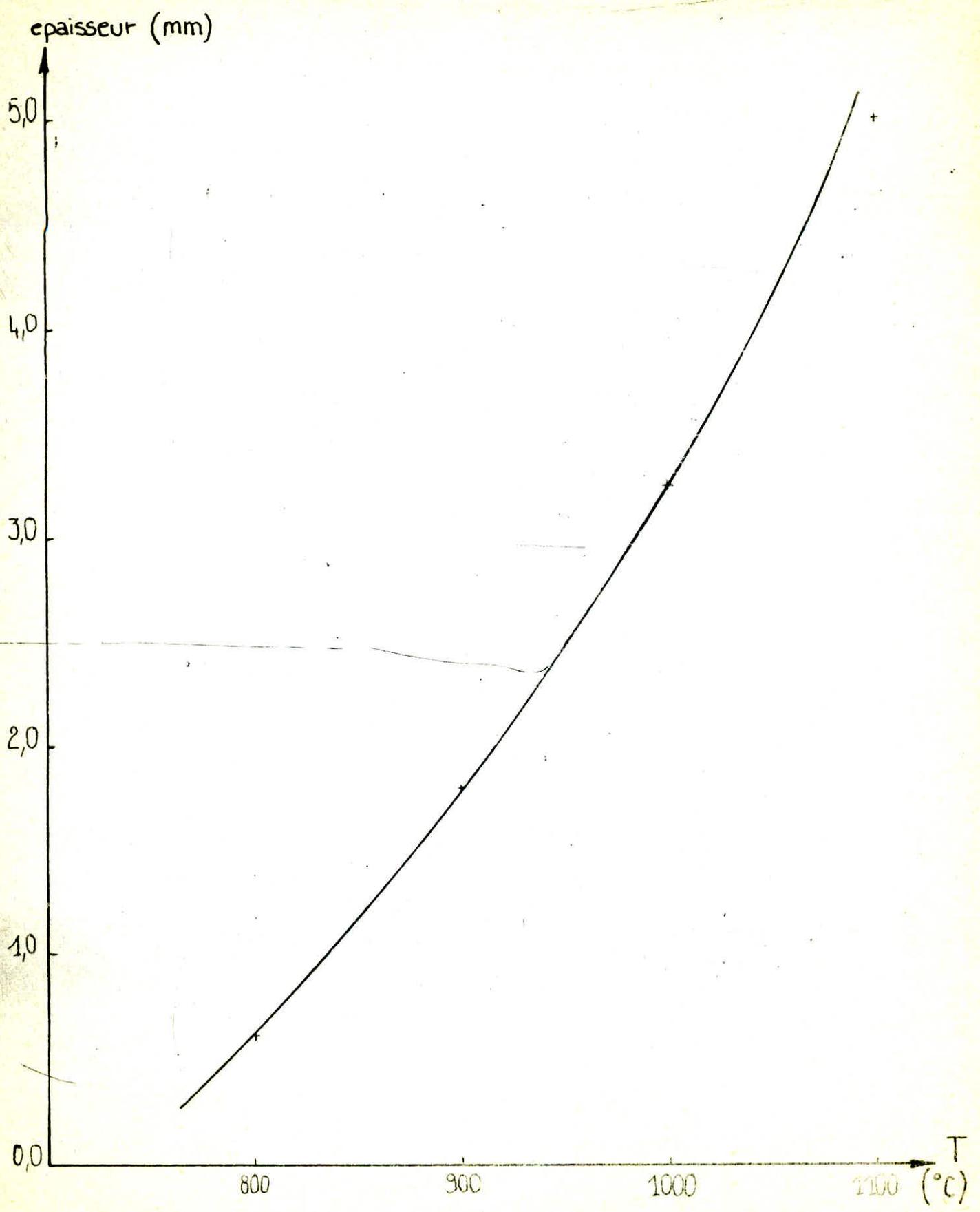
MARTENSITE DE LA COUCHE NON DECARBURÉE



MARTENSITE DE LA COUCHE DECARBURÉE

épaisseur (mm)





* Existence d'un gradient de carbone dans la couche décarburée :

Nous pouvons caractériser ce phénomène de deux (2) manières :

- En s'intéressant à l'évolution de la dureté HV durant la prise de celle-ci sur le parcours qui va de la surface de l'échantillon vers l'intérieur de la pièce.

Exemple : l'échantillon subit un traitement de 5 heures à 1000°C.

mm	DURETE HV
0,5	386
1	412
1,5	441
2	500
2,5	593
3	683
3,25	700
3,4	921

Donc la couche décarburée est de l'ordre de 3,25 mm.

- La deuxième méthode consiste à analyser 2 portions successives de la couche décarburée :

NATURE DE LA COUCHE	%c
COUCHE EN SURFACE	3,13
COUCHE INTERNE	3,2

L'explication se trouve dans le fait que le phénomène de diffusion se produit d'abord en surface puis évolue vers l'intérieur.

Exploitation des résultats pour le calcul de D et Q

Calcul du coefficient de diffusion D :

Le calcul se fait conformément à la relation issue de la résolution de la seconde équation de FICK sous les hypothèses suivantes :

- L'échantillon est de taille "semi-infini"
- La diffusion est unidirectionnelle

La relation est :

$$\frac{C}{C_0} = \textcircled{\sim} \left(\frac{x}{2 \sqrt{Dt}} \right)$$

ou

C : concentration en carbone à la surface de l'échantillon (% pondéral)

C₀ : concentration en carbone à l'interface de la couche décarburée (% pondéral).

x : Epaisseur de la couche décarburée (cm)

t : temps de maintien (S)

Ⓢ(y) : fonction erreur donnée par les tables

D : Coefficient de diffusion (cm²/s)

Calcul de l'énergie d'activation Q :

Selon ARREHNIUS relation donnant le coefficient de diffusion en fonction de l'énergie d'activation est

$$D = D_0 e^{-\frac{Q}{RT}}$$

ou

D₀ : facteur de fréquence (cm²/s)

R : Constante des gaz parfaits (cal/mole °K)

T : Température absolue en (°K)

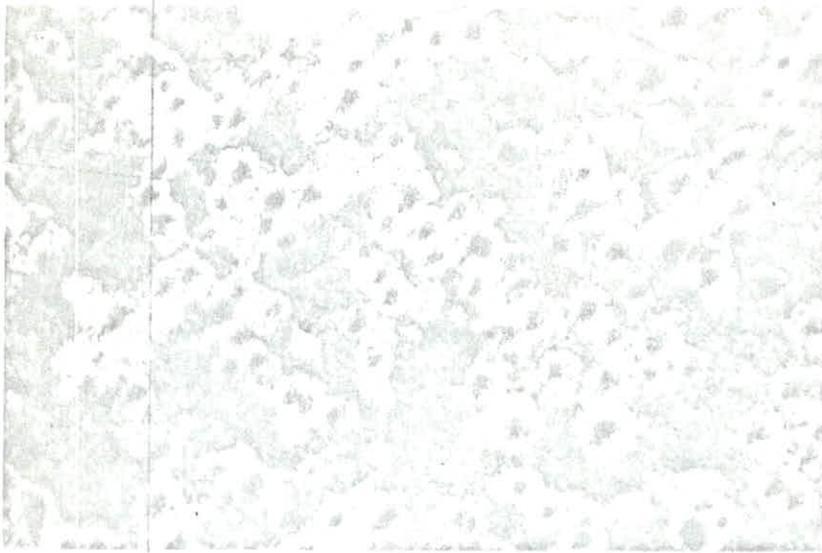
D : Coefficient de diffusion (cm²/s)

Q : Energie d'activation en (cal/mole)

On supposera dans tout nos calculs que D₀ est constant et égal à 0,16 cm²/s

A noter que le pourcentage en carbone du brut de coulée est de 3,3 % (% C₀ = 3,3 %).

CALCUL DE C ET C₀



C₀

La photo ci-contre montre qu'il existe une ligne de séparation entre la couche décarburée (à droite) et la couche non décarburée (à gauche).

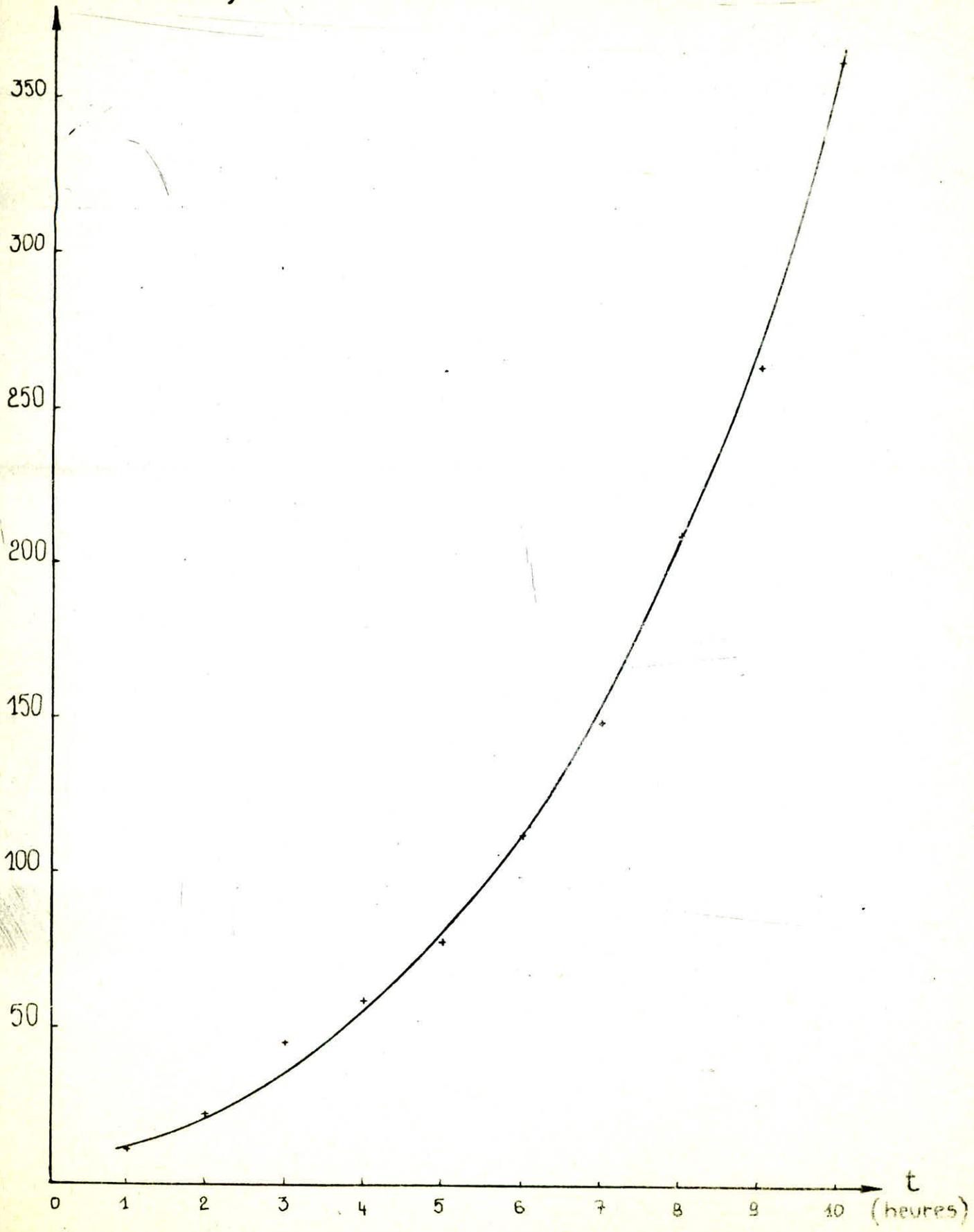
On considère que la couche non décarburée a gardé la concentration du brut de coulée donc $C_0 = 3,3 \%$

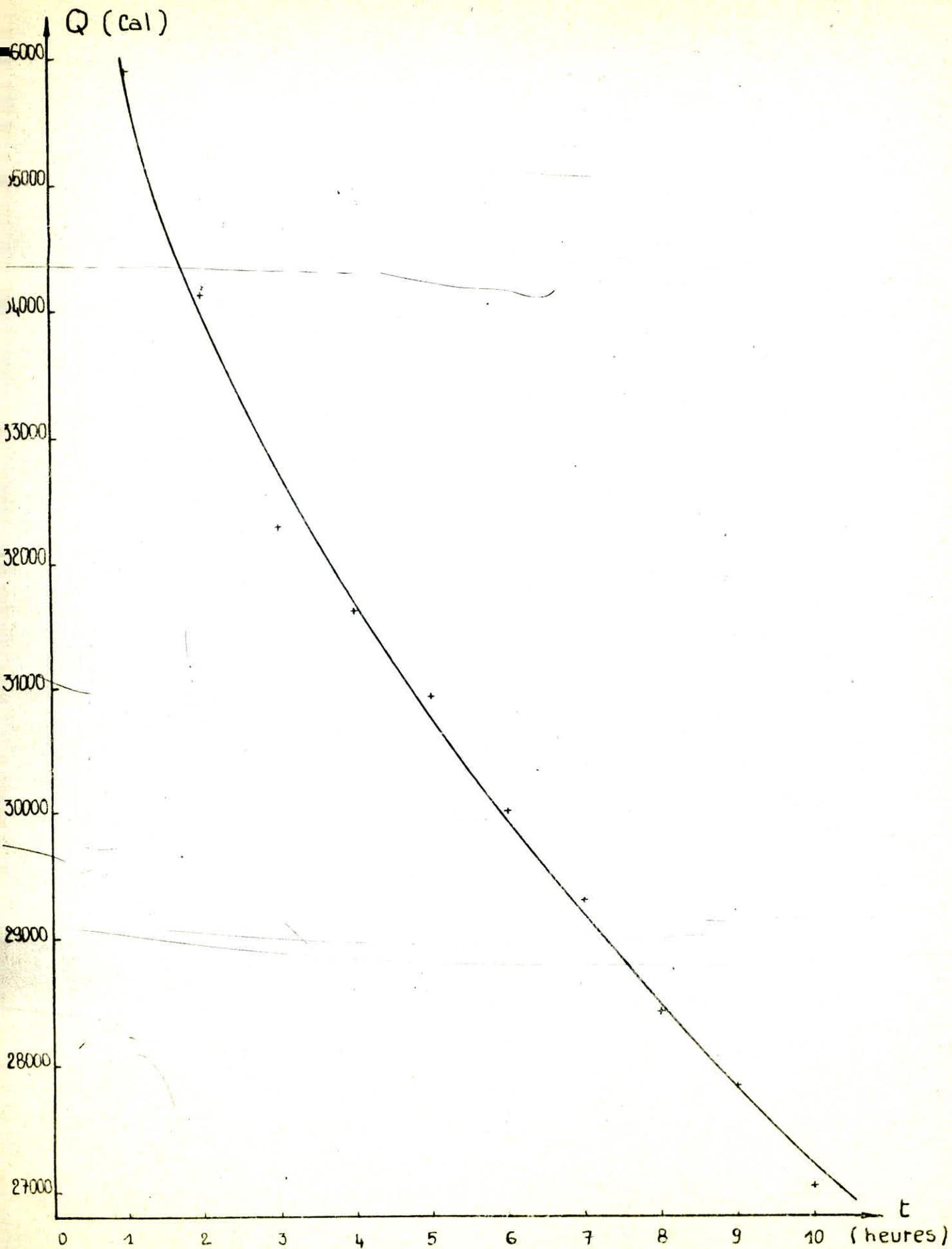
C : est la concentration de la surface de la couche décarburée. Comme nous l'avons indiqué précédemment cette teneur a été calculée par analyse.

INFLUENCE DU TEMPS DE MAINTIEN. T = 1000° c

DUREE DU PALIER (h)	% en C DE LA COUCHE	$\bar{\omega}$ (μ)	μ	EPAISSEUR (cm)	TEMPS DE MAINTIEN (S)	VIDE MOYEN mbar 10^{-5}	D 10^{-8} cm ² /S	Q CAL
1	3,275	0,9924	1,89	0,075	3600	4,8	10,93	35912,54
2	3,23	0,9787	1,63	0,13	7200	4,5	22,00	34134,28
3	3,2	0,9696	1,53	0,215	10800	4,25	45,71	32294,23
4	3,17	0,9606	1,46	0,27	14400	4	59,37	31632,58
5	3,13	0,9484	1,37	0,325	18000	3,75	78,16	30937,15
6	3,08	0,9333	1,3	0,405	21600	3,55	112,33	30019,59
7	3,03	0,9212	1,24	0,48	25200	3,4	148,65	29110,87
8	2,997	0,9081	1,19	0,585	28800	3,3	209,7	28439,53
9	2,976	0,9018	1,17	0,685	32400	3,2	264,48	27853,31
10	2,872	0,8703	1,08	0,78	36000	3,15	362,23	27057,77

D ($10^{-8} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$)





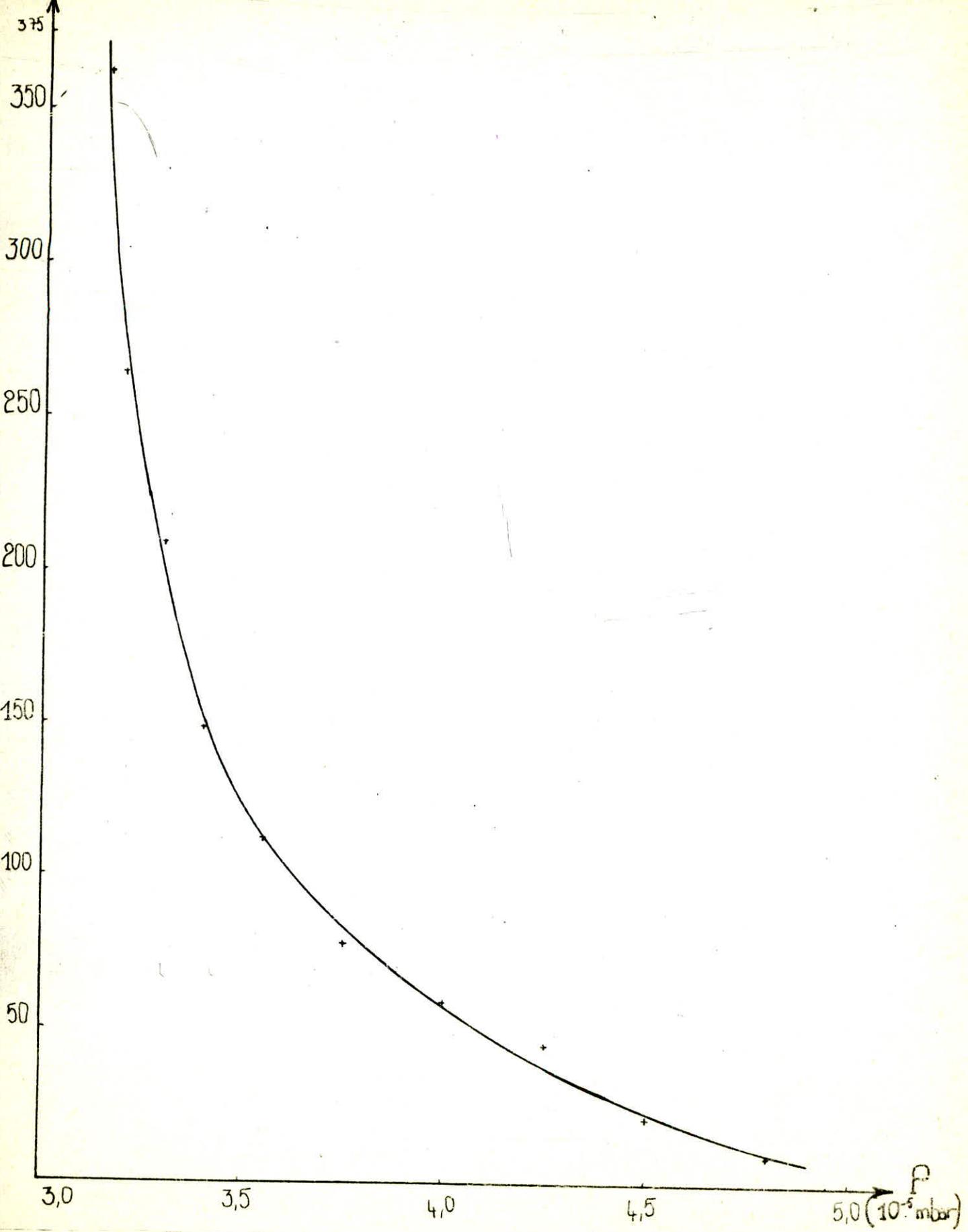
INTERPRETATIONS

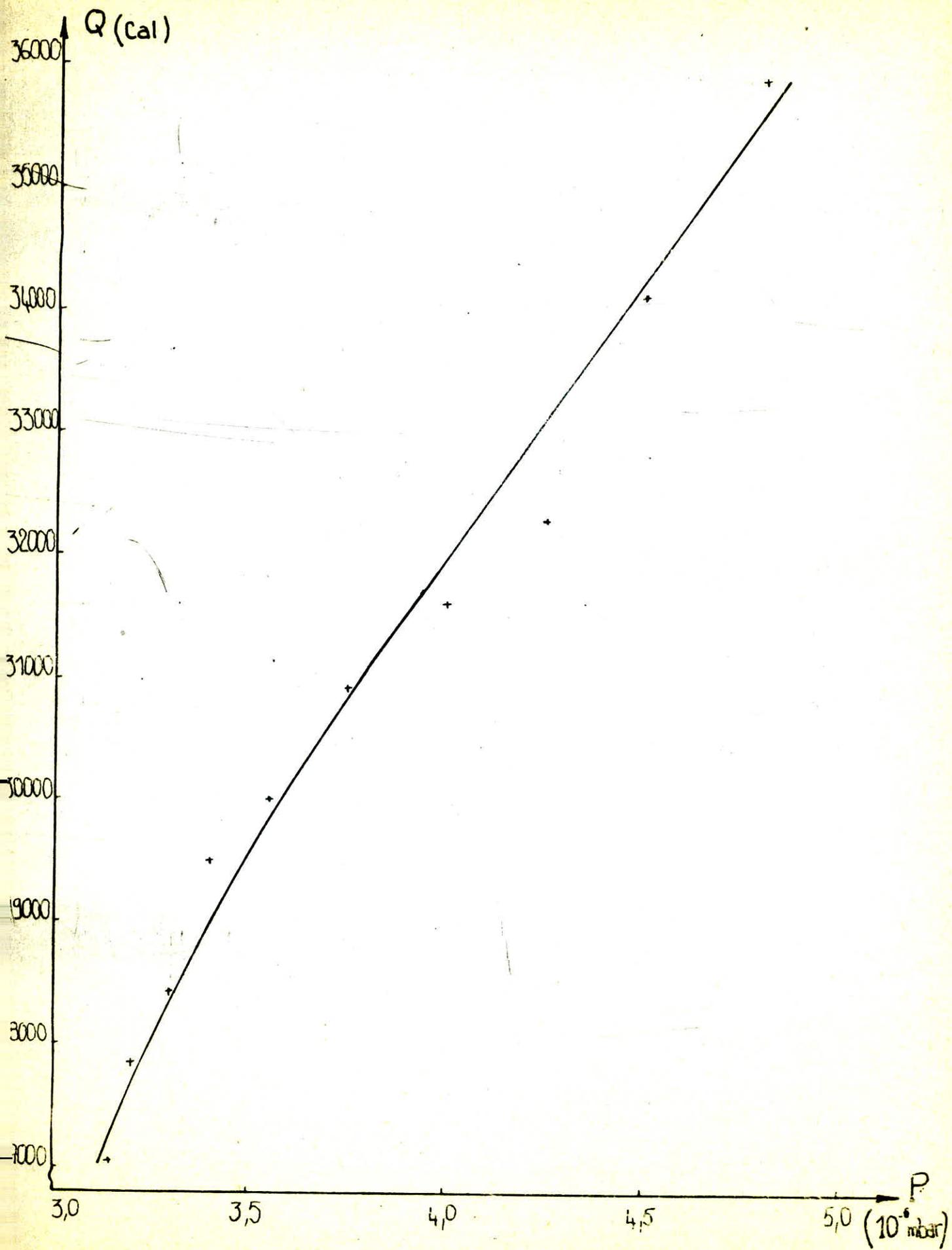
Les courbes de l'évolution de D et de Q en fonction du temps de maintien (température constante) ne peuvent pas s'interpréter uniquement par la variation de ce paramètre, car si D et Q ne dépendaient que du temps de maintien ils seraient constant et ce conformément à la théorie.

Comme il a été indiqué auparavant le vide dépend du temps de pompage donc du temps de maintien.

Nous nous proposons d'étudier la variation de D et Q en fonction de la pression.

D ($10^{-8} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)





L'allure des courbes $D = f(P)$ et $Q = f(P)$ nous permet de caractériser l'influence de la pression (vide poussé) sur le phénomène de diffusion.

Ainsi le coefficient D augmente considérablement avec la baisse de pression, ceci s'explique par le fait que cette baisse de pression augmente la mobilité des atomes interstitiels.

Par contre l'énergie d'activation Q diminue avec la baisse de pression, ceci peut s'expliquer par le fait que les atomes interstitiels ont besoin de bien moins d'énergie pour se mouvoir (diffuser) et ceux à des pressions de plus en plus basses.

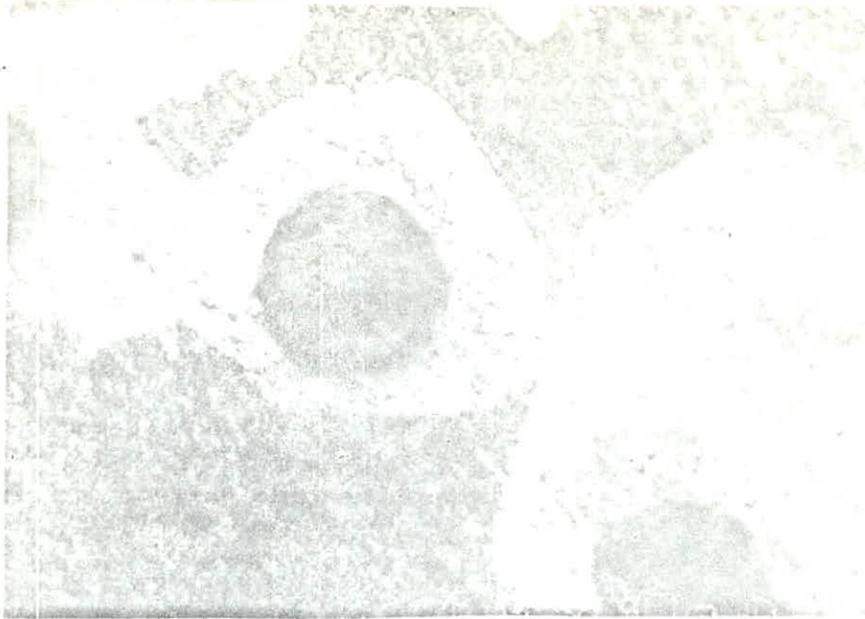
VERIFICATION :

* Influence du vide sur le phénomène de décarburation :

Nous avons procédé à un maintien de 3 heures à 1000°C sous un vide de 10^{-2} mbar : le refroidissement est lent.

D'après la photo ci-contre, on remarque que la couche extérieure n'a pas de différence notable avec l'échantillon brut de coulée, la matrice garde toujours sa structure ferrito-perlitique "bull eye".

Le pourcentage en carbone et la dureté de la surface de la pièce sont sensiblement égaux à ceux du brut de coulée.



$$T = 1000^{\circ}\text{C}, t = 5 \text{ h}, P = 10^{-2} \text{ aBar}$$

A ce niveau de vide on provoque plutôt un dégazage (H, O, N) car les rayons atomiques de ceux-ci sont plus petits que ceux de carbone donc diffusent plus facilement sous vide.

ELEMENT	RAYON ATOMIQUE (\AA)
C	0,77
O	0,74
N	0,74
H	0,37

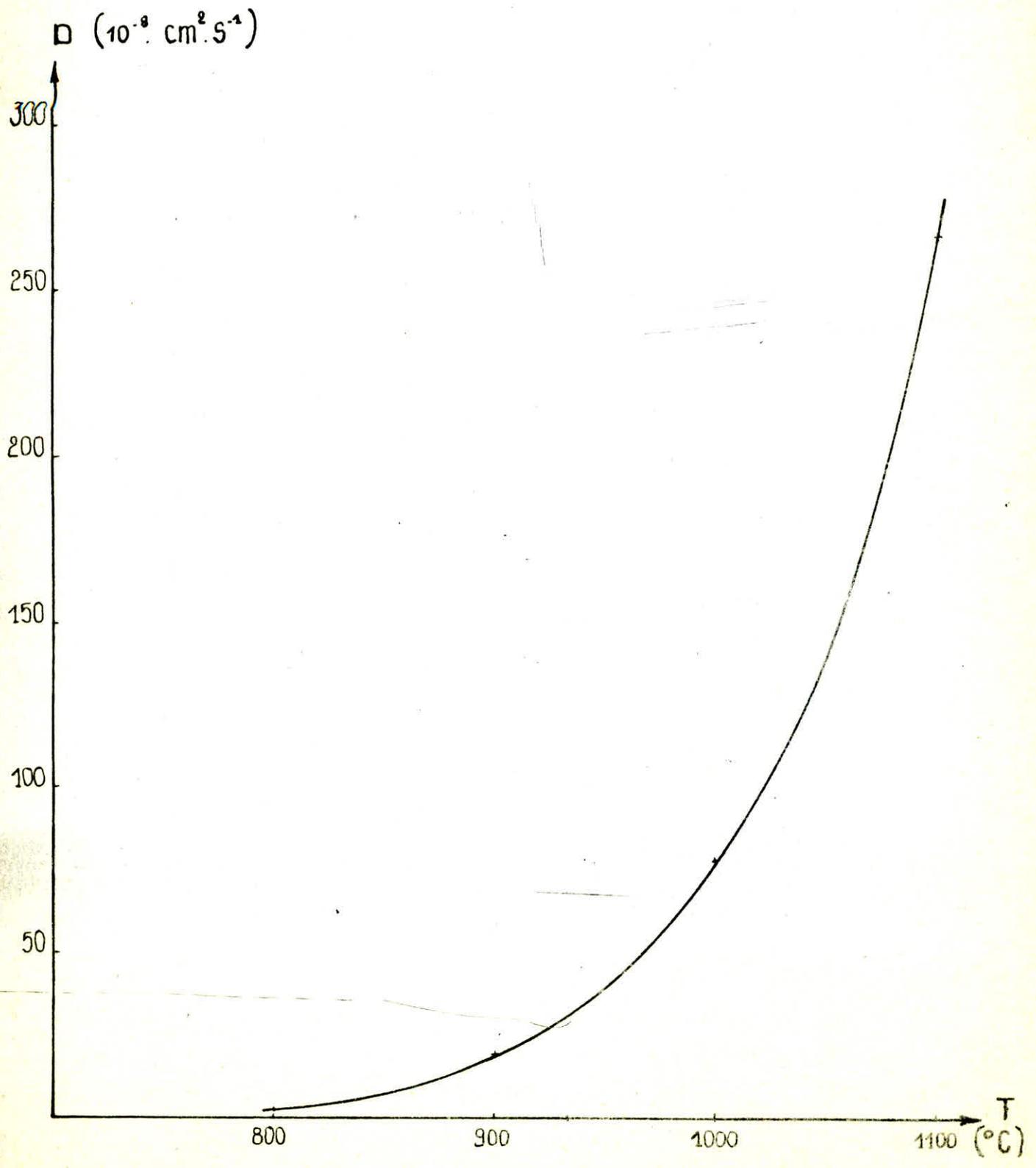
- INFLUENCE DE LA TEMPERATURE -

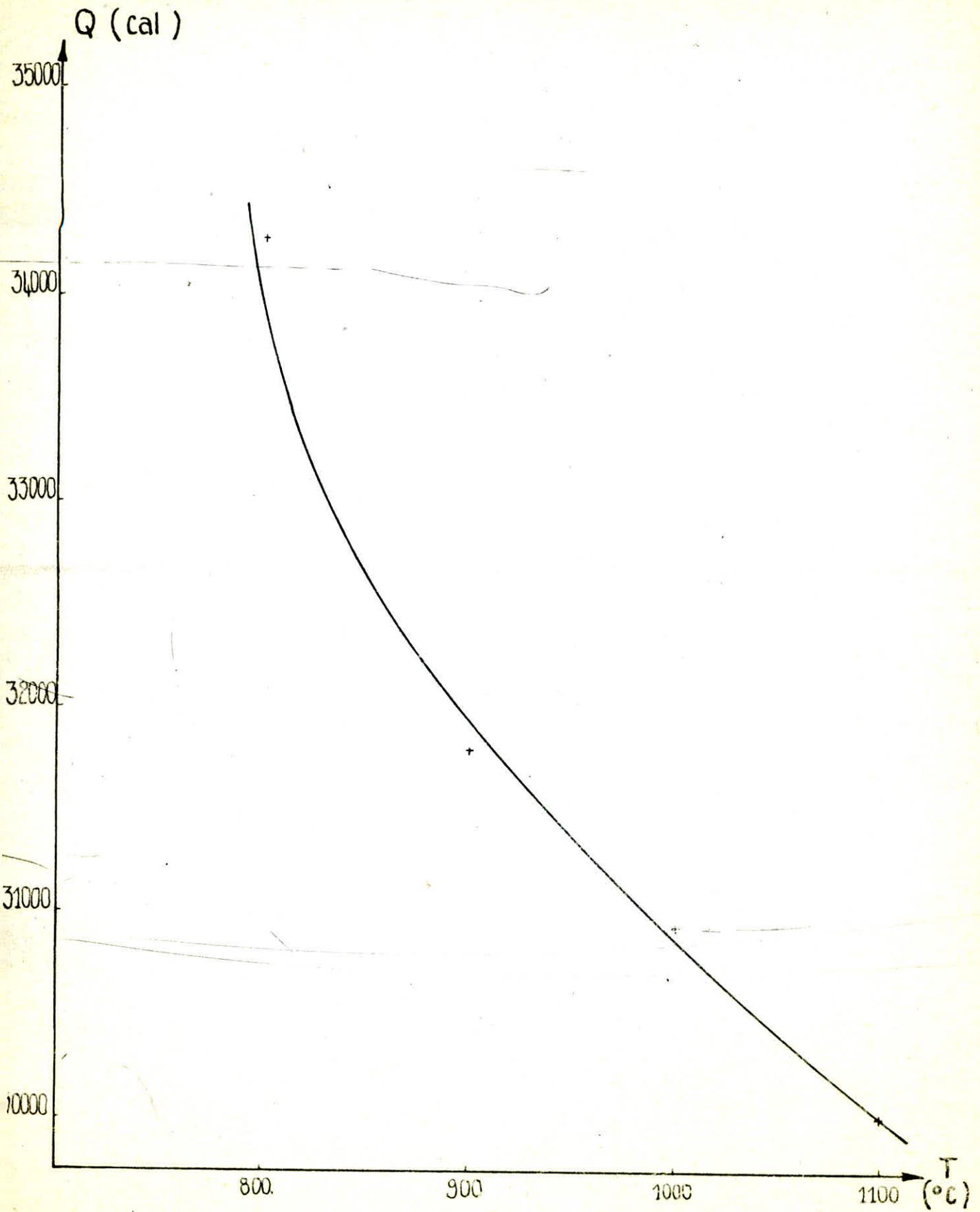
Temps de maintien constant; $t = 18000$ s

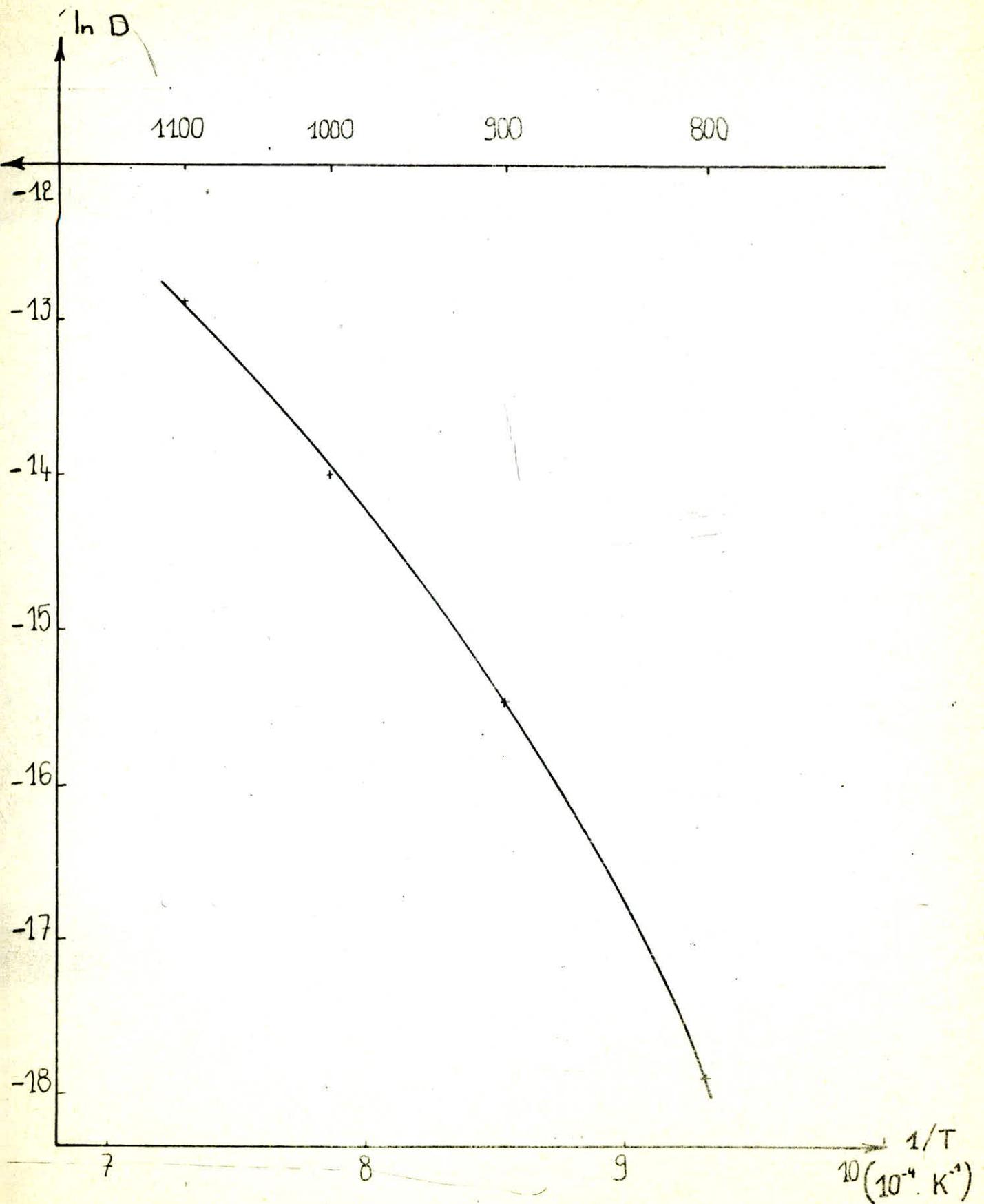
TEMPERATURE DU PALIER (c)	TEMPERATURE DU PALIER °K	% CARBONE DE LA COUCHE	ω (μ)	μ	EPAISSEUR DE LA COUCHE (cm)	VIDE MOYEN (10^{-5} mbar)	D 10^{-8} (cm^2/s)	Q (CAL)
800	1073,15	3,25	0,9848	1,72	0,06	2,5	1,7	34252,58
900	1173,15	3,20	0,9696	1,53	0,18	2,3	19,22	31776,79
1000	1273,15	3,13	0,9484	1,37	0,325	2	78,162	30937,11
1100	1373,15	2,95	0,8939	1,14	0,50	1,9	267,17	30013,46

TABLEAU DONNANT : $\text{Log } D = f \left(\frac{1}{T} \right)$

T (°c)	T (K)	1/T (10^{-4} s^{-1})	LOG D
800	1073,15	9,32	- 17,06
900	1173,15	8,52	- 15,46
1000	1273,15	7,85	- 14,06
1100	1373,15	7,282	- 12,83







INTERPRETATION:

Théoriquement la courbe $\text{LOG } D = f\left(\frac{1}{T}\right)$ est une droite mais l'effet combiné de la température et de la pression (vide) confère à cette courbe une autre allure, chose qui explique la variation de l'énergie d'activation en fonction de la température implicitement du vide, laquelle énergie devrait théoriquement être constante (à pression constante).

L'énergie d'activation Q diminue avec l'augmentation de l'effet combiné (T°, P) cela peut s'expliquer, et par l'augmentation de l'agitation thermique (effet de la température) et par la baisse de pression (voir précédemment).

CONCLUSION

CONCLUSION :

Notre travail nous a permis :

- L'étude du phénomène de décarburation se produisant dans les fours sous vide. On a pu montrer que l'importance de ce phénomène été particulièrement lié à la pression; ainsi plus le vide est poussé plus la décarburation est importante. Celle-ci tend à provoquer un adoucissement de la surface de la pièce, alors que le coeur garde ces caractéristiques initiales, or en métallurgie la tendance est à la recherche du phénomène inverse. Dans l'industrie cet inconvénient n'a pourtant pas freiné l'utilisation de ce genre de matériel car la décarburation n'est pas très importante à des pressions beaucoup plus grande (10^{-2} mbar - 10^{-3} mbar). Ainsi on exploite plus tôt l'état de surface. Le degazage qui améliore certaines propriétés mécaniques (résistance à la fatigue à froid...), l'automatisation complète de ce matériel. Les industries aéronautiques et aérospatiales utilisent ce genre de four pour le traitement sous vide (moyen ou poussé) de certains éléments qui ont tendance à former des oxydes (indésirables quand l'atmosphère est oxydante, inconvénient qui n'existe pas sous vide.

- Il a été procédé également, l'étude du phénomène de diffusion aux basses pressions.

Durant notre recherche bibliographique nous avons été étonné par la rareté, voir l'inexistence d'ouvrages traitant de ce genre de phénomène de diffusion.

En fait, nous avons pu mettre en évidence l'effet indéniable de la pression sur le coefficient de diffusion qui se voit augmenter considérablement avec la baisse de pression. L'énergie d'activation, elle diminue quand le vide est poussé. Nos résultats n'ont pu être expliqués théoriquement. Le phénomène inverse qui devrait se produire.

Nous n'avons pu donner aucune formule empirique car la durée de nos travaux été trop courte pour faire une étude plus approfondie. Enfin nous espérons que notre recherche a apporté quelques éclaircissements dans ce domaine peu connu chez nous.

B I B L I O G R A P H I E

- (1) - Technique de l'ingénieur :
 - M 392 : propriétés des fontes GS
 - M1145 : Traitements thermiques des fontes GS
- (2) - M GEIER
Métallurgie de fonderie Tome II, édition EYROLLES
- (3) - C CHAUSSIN et G HILLY
Métallurgie Tome II, élaboration des métaux édition DUNOD-BORDAS
- (4) - J BENARD
Métallurgie générale édition MASSON
- (5) - LAKHTINE
Métallographie et traitements thermiques édition MIR
- (6) - Aide mémoire de métallurgie édition DUNOD
- (7) - Y. ADDA et J. PHILIBERT
La diffusion dans les solides éditions INSTN et PUF
- (8) - Encyclopédie Universelle CORPUS N° 18
- (9) - Revue " Traitements thermiques "
- (10) - Le Vide poussé au laboratoire, et dans l'industrie
Edition MASSON et CIE
- (11) - A DESY, J VIDTS
Traité de métallurgie structurale théorique et appliquée
Edition DUNOD.

