

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA

RECHERCHE SCIENTIFIQUE



Ecole nationale polytechnique

Département de Métallurgie

Projet de fin d'études

Thème

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

*Etude microstructurale et transformation
tribologique superficielle
de l'acier 32CrMoV13 nitruré*

Proposé par :
M^r : M.E. DJEGHLAL

Etudié par :
M^r : ATMANI FOUAD

Dirigé par :
M^r : M.E. DJEGHLAL
M^r : M. KEDDAM



ENP 10. Avenue Hacène Badi El-HARACH-ALGER

Remerciements



Je tiens à remercier très vivement M.E.DJEGHLAL pour son encadrement.

Je remercie M.KEDDAM de m'avoir aider et de orienter dans ce travail.

Mes remerciements vont aussi au président de jury et les membres de jury, ainsi qu'aux enseignants du département de Métallurgie.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

- ❖ *Mon très cher père*
- ❖ *Ma très chère Mère*
- ❖ *Mes sœurs*
- ❖ *Mes frères*
- ❖ *A toute la famille « Atmani »*
- ❖ *Tous mes amis en particulier*

Abbas, Salim, Djaloul, Lyazid, Abdelkarim.

يهدف هذا العمل إلى تشخيص الطبقات المنتrede للفلاذ السبائكي 32CrMoV13 بعد تأثير الاهتزازات الدورية باستعمال المنقب.

عدة تقنيات تجريبية استعملت مثل: (المجهر الضوئي، المجهر الإلكتروني الماسح، اختبار ميكروصلادة فيكارس) قصد شرح ظاهرة الصدا الإبري.

النتائج التجريبية المحصل عليها تبين احتمال وجود تحلل النتريدات CrN نتيجة بروز هذه الظاهرة، والذي يؤدي بدوره إلى اتلاف الطبقات المنتrede بالنسبة للنتrede العميقة.

Résumé :

Notre travail a pour but de caractériser les couches nitrurées de l'acier 32CrMoV13 après sollicitations cycliques au moyen d'un impacteur.

Plusieurs techniques d'investigations ont été employées telles que (la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, test de microdureté Vickers). Pour pouvoir expliquer le phénomène de pitting.

Les résultats trouvés expérimentalement montrent qu'il y a dissolution probable des nitrures CrN comme conséquence de l'apparition de ce phénomène et provoque à son tour l'endommagement des couches impactées pour un traitement de nitruration profonde.

Abstract :

The objective of our work is to characterize the nitrided layers from 32CrMoV13 steel grade after cyclical solliciting by mean of an impactor.

Several techniques of investigation were employed such as (optical microscopy, scanning electronic microscopy, microhardness tester Vickers) in order to explain the pitting phenomenon.

The experimental results show that probable dissolution of CrN nitrideds occurs resulting from this phenomenon, it also causes the damage of impacted layers during a deeper nitridding treatment.

Les mots clefs



La nitruration, traitement de surface, Transformation tribologique superficielle, acier 32CrMoV13, Le micropercuteur, le pitting, la corrosion par piqûre, déformation plastique, les engrenages, Les sylets.

Sommaire

Introduction.....	1
Chapitre I Généralités sur la nitruration.....	2
I-1 Définitions et principes.....	2
I-2 Procédés de nitruration.....	2
I-3 Nitruration gazeuse.....	4
I-4 Paramètres de la nitruration gazeuse.....	5
I-5 Structure métallurgique.....	5
I-6 Morphologie de la couche nitrurée.....	7
I-7 Diagramme d'équilibre fer-azote.....	7
I-8 Propriétés mécaniques d'un acier nitruré.....	9
I-9 Phénomène de durcissement.....	11
I-10 Généralités sur les contraintes résiduelles.....	14
I-11 Matériaux utilisés en nitruration.....	16
I-12 phénomène de diffusion.....	17
I-13 Mécanisme de diffusion de l'azote.....	18
I-14 Modélisation du phénomène de diffusion dans les aciers.....	20
Chapitre II Le Micropercuteur.....	21
II-1 Introduction.....	21
II-2 Description du micropercuteur.....	21
II-3 Propriétés des points.....	26
II-4 Le mode utilisé dans notre étude.....	26
II-5 Méthode de réalisation d'impact.....	27
II-6 Analyse micrographique de l'effet des impacts.....	28
II-7 Conclusion.....	29
Chapitre III Pitting.....	30
III-1 Définition et présentation.....	30
III-2 Application aux engrenages.....	31
III-3 Causes principales.....	32
III-4 Conclusion.....	34
Chapitre IV Transformation tribologique superficielle "TTS".....	35
IV-I Etude de l'acier nitruré.....	35
IV-I-1 Introduction.....	35
IV-I-1-1 Matériaux étudiés.....	35
IV-I-1-2 Acier de référence 2CrMoV13.....	35
IV-I-1-3 Type de pièces fournies.....	36
IV-II Transformation tribologique superficielle "TTS".....	38
IV-II-2 Conditions expérimentales.....	38
IV-3 Préparation du mode opératoire.....	39
IV-4 Expériences réalisées et analyse microscopique des multi-impacts.....	42
IV-5 Dureté en fonction du nombre de cycles.....	44
IV-6 Diamètre d'impact e fonction du nombre de cycles.....	46
IV-7 Microscopie optique.....	48
IV-8 Dureté en fonction de la profondeur dans l'empreinte et à coté.....	50
IV-9 Observation au microscope Electronique à balayage (MEB).....	52

IV-10-1 Observation métallographique.....	55
IV-10-2 Profils des microdureté.....	57
IV-10-3 Analyse des profils de microdureté	58
Interprétation.....	59
Conclusion.....	60
Références bibliographiques	

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

Introduction générale:

La nitruration est l'un des traitements thermo-chimiques qui garantit aux couches nitrurées de bonnes propriétés tribologiques et anti-corrosion.[1]

Ce traitement fait intervenir plusieurs phénomènes indissociables tels que la diffusion de l'azote, précipitation des nitrures de fer et ceux des éléments alliés sans autant oublier le durcissement structural.[2]

En ce qui concerne l'acier 32CrMoV13 nitrurés, il est souvent utilisé dans la fabrication des engrenages et pignons, par exemple.

Pour étudier le comportement de la couche de diffusion aux sollicitations de nature cyclique, nous avons utilisé la technique de la transformation tribologique de surface (TTS) en vue de tenter de comprendre le phénomène de pitting observé dans les pièces qui travaillent en contact de surfaces et dans les conditions sévères de sollicitation mécaniques.

Ce phénomène engendré par l'effet des forces cyclique à l'aide d'un impacteur qui vient solliciter la surface de la couche de diffusion qui provoque l'apparition de microfissures qui se propagent et deviennent des fissures qui vont endommager la surface de la pièce au cours du temps .

L'objectif de notre travail est de se focaliser sur l'explication du phénomène de pitting à travers une étude expérimentale des surfaces impactées.

Nous avons structuré notre travail en chapitres :

- Dans le premier chapitre, nous avons présenté des généralités sur la nitruration.
- Dans le deuxième chapitre , on a décrit le principe du micropercuteur et les différents types des stylets utilisés ainsi que les méthodes de réalisation d'impacts.
- Dans le troisième chapitre, nous avons évoqué le phénomène de Pitting et les causes de son apparition.
- Dans le dernier chapitre, nous avons caractérisé l'acier 32CrMoV13 nitruré et présenté la TTS.

Enfin, Nous terminons notre modeste travail par une interprétation générale sur le phénomène de pitting observé dans le cas de l'acier étudié.

CHAPITRE I :**I : Généralité sur la nitruration :****I-1 : Définitions et principes :**

La nitruration est un processus qui permet de saturer la surface extérieure du métal avec l'azote dans une atmosphère composée de ($\text{NH}_3 + \text{H}_2$). Ce processus est effectué le plus souvent entre 500 et 570°C et une durée de 0.5 à 100 heures. La nitruration conduit à augmenter la résistance des aciers aux frottements, fatigue, usure et à la corrosion.

La nitruration a pour caractéristiques principales :

- D'être réalisée en phase ferritique sur les alliages ferreux (entre 500 et 570°C selon les procédés).
- D'obtenir directement leurs 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.

L'azote pénètre grâce à son faible diamètre à l'intérieur du réseau Fe- α et donne une solution solide interstitielle. Il peut donner avec le fer des composés tels que (Fe_4N) et (Fe_{2-3}N). Selon les conditions de leurs formations.[3]

Les aciers de nitruration sont à teneur en carbone moyenne (0.3 à 0.4% en général), et contiennent des éléments nitrurigènes tels que Cr, Al, V et Mo. L'azote se combine avec le fer mais surtout avec le chrome et le vanadium, qui conduit à la formation de nitrures métalliques.

I-2 : Procédés de nitruration :

L'apport d'azote aux couches superficielles des métaux peut se faire par l'un des procédés illustrés dans le tableau (1) :

Il y a quatre procédés de nitruration :

I-2-1 : Nitruration gazeuse :

Dissociation de l'ammoniac à partir d'une atmosphère nitrurante pour produire de l'azote à l'état atomique.

I-2-2 :Nitruration solide :

Elle est comme la cémentation, s'effectue dans des caisses. L'agent nitrurant est la cyanamide calcique en présence d'activateurs qui libèrent les éléments N, C, O et H.

I-2-3 :Nitruration liquide :

L'azote est obtenu par l'oxydation des cyanures, elle s'effectue en bain de sel.

I-2-4 :Nitruration ionique :

Elle est effectuée par dissociation d'azote dans un plasma.

<i>Procédés</i>	<i>Agents nitrurants</i>	<i>T (°C)</i>	<i>T (H)</i>	<i>Avantages</i>	<i>inconvénients</i>
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 calcique + activateur	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 nature de la couche superficielle	-matériel et traitement onéreux -faible charges -nitruration de pièces à géométrie complexe.
Nitruration liquide	-cyanure -cyanates	570	1 à 5	-Traitement court, peu onéreux. -simplicité -mise en œuvre facile, économique.	-pollution -peu mécanisable -température de traitement fixe. -nettoyage des pièces après traitement.

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

Le choix d'un procédé de nitruration est conditionné par les possibilités de réalisation de la structure souhaitée et par les critères économiques.

I-3 : Nitruration gazeuse :

I-3-1 : Principe :

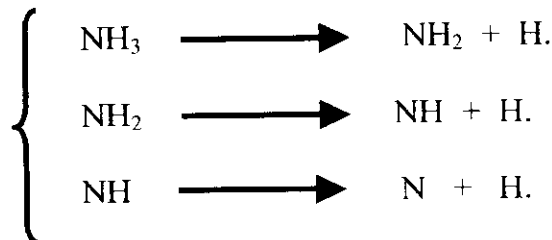
Du gaz ammoniac anhydre est injecté dans un four étanche à moufle métallique (four pot ou four cloche) doté d'un brassage de l'atmosphère et d'une précision élevée de la température : $\pm 3^{\circ}\text{C}$.

L'atmosphère est en légère surpression et le débit du gaz dans le four (ou le taux de renouvellement), à une température donnée et pour une charge de pièces déterminée, fixe le taux de dissociation de l'ammoniac selon la réaction :



Seul la fraction de gaz non dissociée aura une action nitrurante selon le mécanisme suivant :

- Au contact de l'acier, la molécule de NH_3 subit un craquage catalytique en NH_2 , NH , N et H .



Une partie de l'azote naissant produit diffuse dans l'acier, tandis qu'une autre partie est désorbée pour reconduire à la formation de la molécule N_2 . La diffusion de l'azote dans le matériau dépend de la concentration locale en azote.[2]

- La phase α étant très rapidement saturée en azote, les phases γ' ou \mathcal{E} apparaissent par nucléation localisée.

Les phases γ' ou \mathcal{E} croissent tandis que l'azote continue à diffuser dans la structure de l'acier. La croissance de γ' ou \mathcal{E} conduit à la formation de la couche de combinaison alors que celle-ci alimente la zone de diffusion :

Couche de combinaison / zone de diffusion.



I-4 : Paramètres de la nituration gazeuse :

- *Température de nituration* : est la température à laquelle est effectuée le traitement de nituration, elle est comprise entre 500 et 570°C.
- *Temps de nituration* : c'est la durée de maintien de l'échantillon à traiter dans le four de nituration.
- *Le potentiel niturant τ* : s'exprime par le taux de dissociation de l'ammoniac selon l'équation :

$$\tau = \text{volume de NH}_3 \text{ dissocié en N}_2 \text{ et H}_2 / \text{volume de NH}_3 \text{ introduit.}$$

Selon cette équation on remarque que plus le taux de dissociation est faible, plus le potentiel niturant est élevé. Généralement, les taux de dissociation sont compris entre 20 et 70%.

Pour réaliser dans le temps le plus court la profondeur niturée souhaitée, il faut faire une optimisation de ces trois paramètres.

I-5 : Structure métallurgique :

La nituration provoque des changements métallurgiques importants dans le matériau traité. Ces changements sont responsables de l'amélioration des propriétés mécaniques des pièces niturées.[2]

Ce traitement permet de produire des structures dont l'archétype est le suivant :

I-5-1 Couche de combinaison :

La couche de combinaison doit son nom au fait que l'azote est sous forme de nitrure, donc combiné. Dans sa version la plus complète, elle est constituée des nitrures Fe_{2-3}N (\mathcal{E}) . et Fe_4N (γ'). On appelle aussi blanche, car c'est avec cet

aspect qu'elle apparaît lorsqu'on l'observe au microscope optique dans les conditions les plus courante (attaque au Nital).

La réputation de la nitruration gazeuse à l'ammoniac est de produire des couches de combinaison dont l'épaisseur et la structure cristallographique sont mal maîtrisées, nécessitant leur élimination par rectification.

Cette absence de contrôle de la couche blanche est réelle si on ne maîtrise pas les paramètres de pilotage du traitement (température et potentiel nitrurant).

Même dans l'éventualité où la couche de combinaison est appelée à disparaître rapidement par usure, il est préférable que les paramètres de nitruration gazeuse soient ajustés pour assurer une prédominance γ' , ce qui le cas dans le sens de réduire la formation de nitrures et/ou carbures intergranulaires qui sont parfois responsable de fragilité.

L'épaisseur recommandée est déterminée en fonction de l'utilisation et de la nuance de l'acier (valeurs comprises entre 0.005 et 0.015 mm).[2]

1-5-2 :Couche de diffusion :

Dans le fer pur (ou l'acier non allié), l'azote qui diffuse en solution solide d'insertion conduit à très faible durcissement selon l'enrichissement en azote. La solution solide est conservée si le métal est refroidie rapidement à partir de la température de nitruration. Si le refroidissement est lent ou si le métal est soumis à un revenu après trempe, des nitrures précipitent, conduisant à une seconde possibilité de durcissement par précipitation.

En l'absence d'éléments d'alliage, ce durcissement n'excède pas 500Hv sur une profondeur très faible.

Si le métal contient des éléments d'alliage et ceux-ci présentent une affinité chimique avec l'azote, il se forme des précipités de nitrures finement dispersés dans la zone de diffusion.

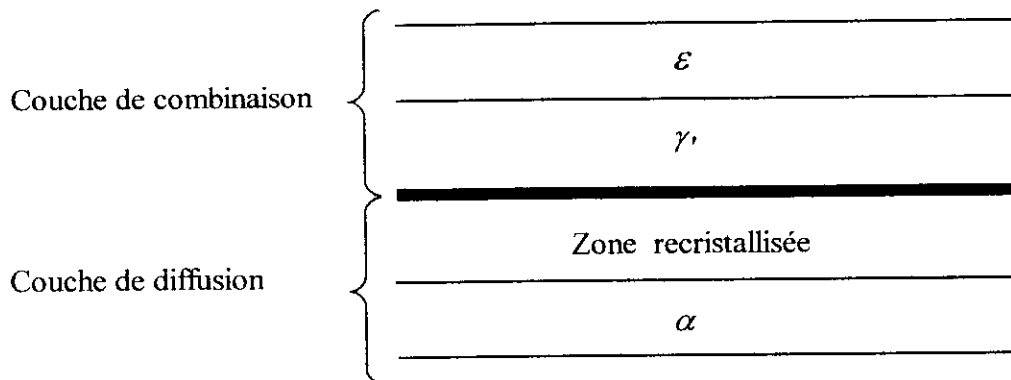
La zone de diffusion dépend essentiellement du temps, de la température et du potentiel azote.

Sur les aciers d'outillage pour travail à chaud (application sur matrice de forge), la profondeur nitrurée ne doit pas dépasser 300 μm , afin de ne pas favoriser la fissuration superficielle, par suite de la différence des coefficients de dilatation entre couche nitrurée et sous couche lors de l'utilisation.

Sur les aciers de constructions, elle est choisie en fonction des sollicitations et des nécessités éventuelles de rectification après traitement.

I-6 : Morphologie de la couche nitrurée :

La morphologie de la couche nitrurée dépend essentiellement de la concentration superficielle d'azote et de prétraitement de la surface de l'acier. La concentration en azote de la couche nitrurée diminue à partir de la surface au fur et à mesure de la progression en passant des nitrures de fer ϵ et γ' à la couche de combinaison, à la nitroferrite de la couche de diffusion avant de retrouver la composition initiale du matériau de base.



Figur I-1 : Morphologie d'une couche nitrurée

I-7 : Diagramme d'équilibre fer-azote :

L'examen du diagramme d'équilibre fer-azote (figure (2)), montre aux températures de traitement utilisées, l'existence :

- D'une solution solide α d'azote dans le fer à très faible solubilité en azote.(0.1% en masse à 590°C).
- Du nitrure γ' de structure cubique à faces centrées (CFC) dans laquelle un atome d'azote occupe le site octaédrique situé au centre de la maille (figure 3) ce nitrure est stable dans un domaine de composition qui à 590°C, s'étend de (19 à 20.2)% atomique d'azote soit (5.5 à 5.75)% en masse. Sa dureté est d'environ 800 Hv.
- Du nitrure ϵ de structure hexagonale compacte (HC) dont les sites octaédriques sont occupés par des quantités d'atomes d'azote variables selon la composition du nitrure (figure 4). Sa formule est du type $Fe_{2-3}N$. Ce nitrure est stable à partir de 24% atomique à 570°C soit 7.25% en masse. La limite d'existence du nitrure ϵ correspond à l'apparition du nitrure Fe_2N

orthorhombique. Par ailleurs, il se révèle thermodynamiquement instable lorsque sa teneur en azote dépasse 10% en masse. [2]

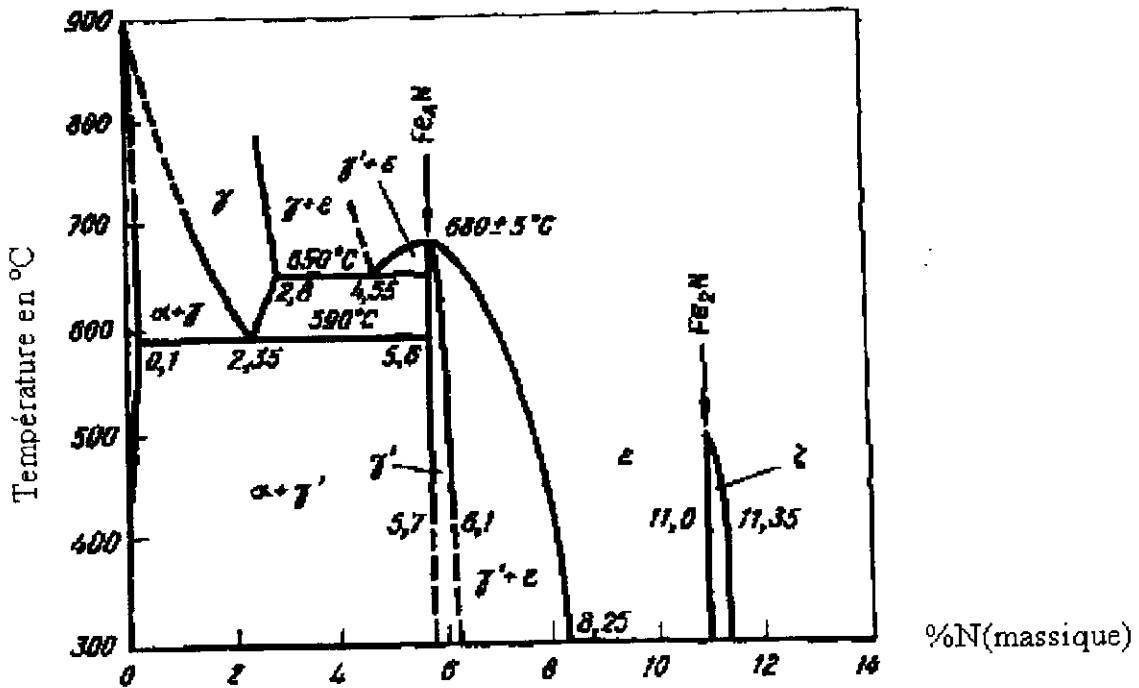
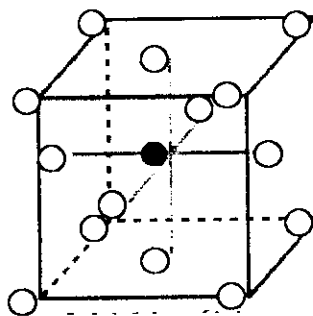
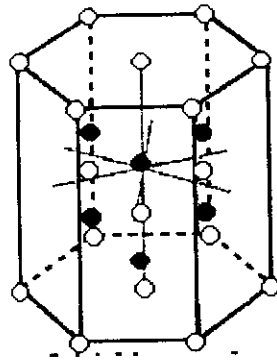


Figure I-2 : Diagramme d'équilibre fer-azote.[5]



Maille du fer CFC avec un atome d'azote dans l'octaèdre, il y a donc 4 atomes de fer et 1 atome d'azote par maille élémentaire.[2]

Figure I-3 : Structure du nitride γ' (Fe_4N).



Ce nitride est une solution solide étendue d'azote dans le fer. Il correspond à la structure hexagonale du réseau du fer.

Selon le taux de remplissage des sites octaédriques disponibles de la maille, on passe de Fe_4N à Fe_2N : la maille représentée correspond à $\text{Fe}_{3,4}\text{N}$. [2]

Figure I-4 : Structure du nitride ϵ ($\text{Fe}_{3,4}\text{N}$).

I-8 : Propriétés mécaniques d'un acier nitruré :

I-8-1 : Microdureté :

- Couche de combinaison : les valeurs moyennes des microduretés superficielles mesurées par CONFENTE [6], (voir tableau 2) sous une charge de 66g montrent qu'en général la dureté du nitride ϵ est plus élevée que celle du nitride γ' . En plus, il apparaît que la valeur de microdureté de ces couches est fonction de la teneur en éléments d'alliage qui peuvent se trouver en substitution dans la phase nitride.
- Couche de diffusion : La dissolution de l'azote et du chrome par insertion dans la ferrite augmente la résistance à la déformation, c'est à dire le durcissement.

COTTRELL propose un mécanisme de durcissement où les atomes de carbone et d'azote dissous dans le réseau de ferrite se concentrent de préférence au voisinage des dislocations. Le déplacement des dislocations est alors freiné par les zones de COTTRELL, ce qui traduit à l'échelle macroscopique par un durcissement du métal.

Nuance	Couche γ'		Couche \mathcal{E}	
	Epaisseur (μm)	Dureté $\text{Hv}_{0.066}$	Epaisseur (μm)	Dureté $\text{Hv}_{0.066}$
XC10	7.3	550	10	950
XC18	3	570	10	1100
28Mo2	3	860	7	1100
32Cr4	3.7	880	7.5	1200
35CrMo4	3	1000	7	1200

Tableau I-2 : comparaison de la dureté superficielle des couches monophasées \mathcal{E} et γ' réalisées sur différents aciers de construction.

I-8-2 : Ductilité :

Les essais effectués par C.LEROY[7], sur des aciers de construction et des aciers à outils, ont abouti aux conclusions suivantes :

Quelque soit la nature de la couche de combinaison \mathcal{E} , γ' , ou $\mathcal{E} + \gamma'$ la ductilité de la configuration couche de combinaison – couche de diffusion est faible : inférieure à 1%.

- La ductilité est indépendante de l'épaisseur de la couche \mathcal{E} dans l'intervalle 5 – 15 μm étudié.
- La température n'a pas d'influence notable sur la ductilité des couches de combinaison γ' .
- La configuration couche de diffusion seule présente une amélioration de la ductilité par rapport aux configurations couche de combinaison – couche de diffusion : 2.3%.

I-8-3 : Frottement :

La couche monophasée \mathcal{E} présente une bonne tenue au frottement par grippage, alors que les couches monophasées γ' comme la couche de diffusion se détériore rapidement par microgrippage.

Les couches biphasées $\mathcal{E} + \gamma'$ ont un comportement intermédiaire entre les couches \mathcal{E} et γ' . Leur tenue, est fonction de la proportion relative des deux constituants, est d'autant meilleur que la phase \mathcal{E} est prépondérante.

I-8-4 : Fatigue :

La limite de fatigue d'un acier nitruré est indépendante de la configuration de la couche de combinaison, mais elle est très sensible à la profondeur de nitruration. En flexion relative [7] la limite de fatigue d'un acier 35CrMo4 trempé, revenu et nitruré atteint son optimum pour une épaisseur de 200 μm : 780 N/mm² et conduit à un accroissement de 60% de la limite d'endurance. L'amélioration de ce gain devient négligeable pour les profondeurs nitrurées supérieures : 785 N/mm² pour 230 μm et 786 N/mm² pour 300 μm .

I-9 : Phénomène de durcissement :

La diffusion d'azote dans les alliages ferreux conduit à un durcissement seulement dans le cas où l'alliage contient des éléments d'addition susceptible de former des nitrures avec l'azote. Ces nitrures conduisent à un durcissement structural qui engendre une amélioration de la limite d'endurance, de ces alliages.

Le tableau(3) donne la liste des nitrures susceptibles de se former à partir des éléments d'addition. On remarque que le nickel ne forme pas de nitrures. D'où le choix de la nitruration d'acier ne contenant pas de nickel.

Les éléments d'alliage ont une affinité standard d'autant plus grande que leur chaleur de formation est élevée. Les structures cristallographiques des nitrures et leurs paramètres cristallins nous donnent une information sur les sites sur lesquels peuvent germer et croître dans la matrice ferritique.

Les nitrures hexagonaux précipitent essentiellement sur les défauts du réseau de la ferrite et sur les joints de grains, ils participent peu au durcissement. Les nitrures (CFC) précipitent sous forme de particules cohérentes sur les faces du cube de la ferrite conduisant à une augmentation de volume, amènent un durcissement important. On note qu'il y a une apparition des contraintes de compression élevées.[7-8].

phase	Réseau de bravais	Paramètres (10^{-10} m)	Affinité standard formation(J/moles de N_2)	Enthalpie de formation ΔH°_{298}
Fe_2N	orthorhombique	a=5.530 b=4.835 c=4.425	-71.82	--
Fe_4N	C.F.C	a=3.790	-28.58	-10.9 ± 8.4
Mo_2N	C.F.C	a=4.169	+33.15	-69.4 ± 2.1
Mn_5N_2	Hexagonal	a=2.834 c=4.451	--	--
CrN	C.F.C	a=4.149	+105.14	-118 ± 10.5
Cr_2N	Hexagonal	a=4.818 c=4.490	+115.94	-105.3 ± 12.6
Mn_4N	C.F.C	a=3.857	--	-130.4 ± 12.6
Si_3N_4	Orthorhombique	a=13.38 b=8.60 c=7.74	+233.80	-748 ± 33.4
VN	C.F.C	a=4.139 a=3.110	+359.07	-251 ± 21
AlN	Hexagonal	a=3.104 b=4.965	+472.54	-320 ± 4.2
TiN	CFC	a=4.244 c=4.975	+513.56	-336 ± 3.3

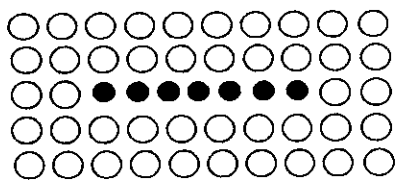
Tableau-I-3: structure cristallographique et affinité standard de formation des nitrures à 540°C.[2]

Un autre mécanisme de durcissement est la formation des zones GUINIER-PRESTON.

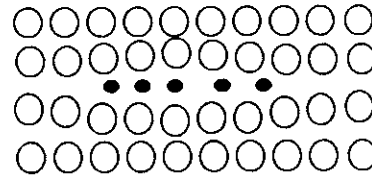
I-9-1 : Formation des zones G.P :

Le manganèse semble, dans le cas des alliages industriels, jouer un rôle important. Il modifie l'activité de l'azote dans la ferrite et il forme avec cet élément des zones de GUINIER-PRESTON qui constituent des pré-précipités qui conduisent alors à des durcissements importants ou qui peuvent servir des sites de précipitation. Cette influence expliquerait les hautes duretés obtenues avec l'aluminium dans les aciers et les fontes (il y a toujours du manganèse dans ces alliages) et celle des fontes à haute teneurs en silicium.[2]

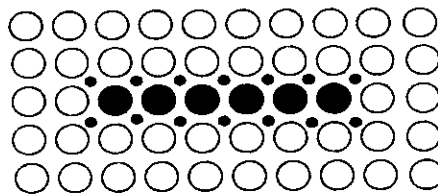
La figure-I-5- montre la morphologie de ces zones, les positions possibles des atomes dans une zone G.P, les atomes en substitutions et en insertion s'alignant suivant les plans $\{100\}$ de la ferrite alors il se crée au niveau de chaque zone un champ de déformation conduisant à une distorsion du réseau de la ferrite d'où résulte un champ de contraintes.



Atomes en substitutions



Atomes en insertion



Atomes en insertion et en substitution

Figure-I-5 : positions possibles occupées par les atomes dans la matrice ferritique.

I-9-2 : Précipités intermédiaires et d'équilibres :

Après leurs formations, les zones G.P évoluent et forment des précipités intermédiaires puis d'équilibre. Les précipités comme leur nom l'indique, ont une composition chimique qui se situe entre celle des zones G.P et celle des précipités d'équilibre. Les précipités intermédiaires évoluent vers des précipités d'équilibres et perdent leur cohérence avec la matrice par l'effet de coalescence.[9].

I-10 : Généralités sur les contraintes résiduelles :**I-10-1 : Contraintes résiduelles :**

Le traitement conduit à la formation de contraintes de compression dans les couches enrichies en éléments interstitiels, dont le mécanisme est représenté sur la figure (6). Le maximum de ces contraintes se situe sensiblement suivant l'axe médian de la couche nitrurée, le profil s'inverse au voisinage du front de diffusion de l'azote. Les contraintes d'extension passent rapidement par un maximum puis chutent lentement figure (7). Les contraintes à cœur sont nulles. La durée de traitement n'a pas d'influence sur la valeur maximale de la contrainte de compression, mais le niveau de contrainte est fonction de la température de traitement. Les contraintes résiduelles sont plus élevées pour un traitement à basse température.

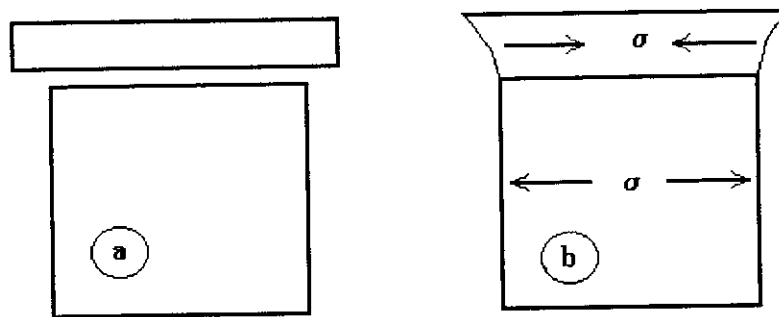


Figure I-6 : Mécanisme de genèse des contraintes résiduelles dans un échantillon nitruré. a) surface non liée au cœur , b) surface liée au cœur.

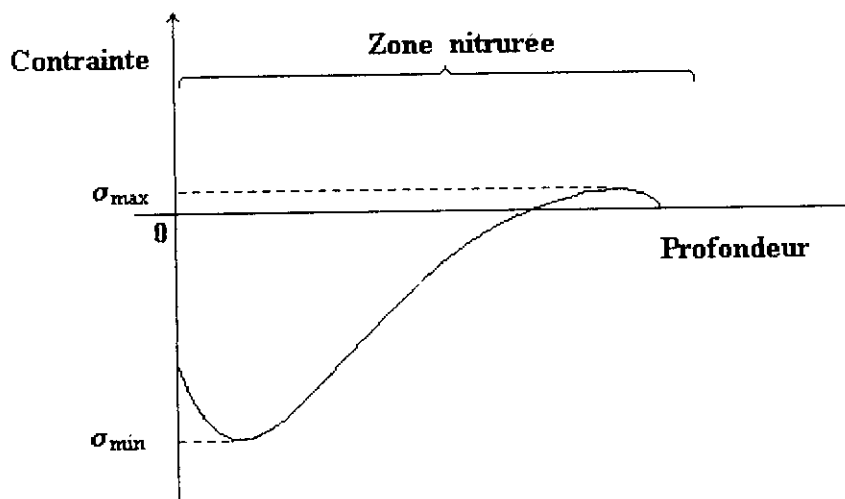


Figure I-7 : Distribution des contraintes résiduelles dans la zone nitrurée.

On distingue trois ordres suivant la déformation :

I-10-1-1 : Contraintes d'ordre I :

Ce sont des contraintes au niveau de plusieurs grains qui ont subi des déformations uniformes. Elles engendrent un déplacement des pics de diffraction dû à un déplacement des distances interréticulaires d telle que :

$$\varepsilon = \Delta d/d_0$$

I-10-1-2 : Contraintes d'ordre II :

Ce sont des contraintes qui correspondent à des déformations uniformes. Elles sont différentes selon les grains, contribuent à l'élargissement du pic de diffraction.

I-10-1-3 : contraintes d'ordres III :

Les atomes en insertion ou les dislocations entraînant des variations à petites échelles, elles élargissent les pics de diffraction.

Sous l'effet des contraintes d'ordre I, le déplacement du pic de diffraction est donné par :

$$\begin{aligned}\Delta \theta &= - \operatorname{tg} \theta (\Delta d/d). \\ \Delta \theta &= - \varepsilon \operatorname{tg} \theta.\end{aligned}$$

I-10-2 : Genèse des contraintes résiduelles de nitruration :

La précipitation des différents nitrures conduit à une augmentation de volume et à des microdéformation du réseau de la ferrite et engendre un durcissement important avec apparition de contraintes de compressions élevées.[10].

Ces contraintes ne sont déterminées que dans la couche de diffusion car la couche de combinaison est trop mince pour être accessible à des méthodes de relaxation.

L'origine de ces contraintes est la diffusion de l'azote dans la ferrite qui engendre deux effets importants :

- La dilatation de la couche par l'insertion de l'azote dans le réseau cristallin.
- La formation des nitrures et des carbonitrures ayant des volumes massiques différents de celui de la ferrite.

La répartition des contraintes dépend de la nature de l'acier traité et bien évidemment des paramètres de nitruration.

I-11 : Matériaux utilisés en nitruration :

Les matériaux destinés à la nitruration sont les matériaux pouvant former des nitrures ou des carbonitrures. Cependant, même si quelques applications inintéressantes ont été décrites pour le titane et ces alliages ou pour l'aluminium, la nitruration ne s'applique, dans la pratique industrielle, presque qu'aux aciers et aux fontes.

Pour les aciers, une large gamme peut être nitrurée, normes NFA35-551 et NFA35-552 [11].

I-11-1 : Influence des éléments d'alliage :

a) Influence du carbone :

Le carbone présente dans l'alliage ferreux a une influence importante sur la nature des phases formées au cours du traitement. Il favorise au niveau de la couche de combinaison la formation du nitrure ϵ . [6].

Lorsque le carbone est présent sous forme de carbures dans l'acier, on observe des différences de cinétiques de croissances des couches liées à l'état de traitement thermique subi avant nitruration. [12].

La couche de diffusion est peu modifiée par la présence de carbone.

b) Autres éléments d'alliage :

En général, la plupart des éléments d'alliages forment des nitrures qui vont gêner le développement des couches de combinaison. En présence d'éléments d'alliages ayant une grande affinité pour l'azote tels que Mn, Cr, V, Al et Ti, il y a formation de fins précipités de nitrures et donc il y a une augmentation corrélative très importante de la dureté des couches superficielles, avec création des précontraintes de compression, parce qu'il y a une augmentation de volume à cause de la formation des précipités. Dans le cas où l'élément d'alliage réagit avec l'azote, un durcissement important des zones G.P peut se produire.[9].

I-11-2 : Aciers de nitruration :

Généralement les aciers destinés à la nitruration sont trempés et revenus, c'est à dire qu'ils ont une fine structure perlitique, qui donne les meilleurs résultats lors de la nitruration car on obtient les propriétés exigées au cœur de la pièce du fait que la température de revenu est supérieure à celle de nitruration afin d'éviter toute transformation de phase au cours de traitement.

Pour les aciers au carbone du type XC. La nitruration est réalisée sur les structures ferrito-perlitiques qui peuvent supporter des maintiens à des températures inférieures à 600C° sans diminution importante de leurs caractéristiques du fait de la présence de fins précipités durcissants.

Pour avoir une large gamme de niveau de dureté de la couche de combinaison, on doit utiliser les aciers dits de nitruration qui sont de types : 20CrMo12 ; 30CrMo12 ; 30CrAlMo6-12 ; 40CrAlMo6-12 ; 32CrMoV9 et 32CrMoV13. La nuance d'acier 32CrMoV13 utilisée pour la fabrication des pièces mécaniques sollicitées en fatigue et soumises à des efforts superficiels importants, essentiellement dans l'industrie aéronautique comme les engrenages de transmission sur les rotors d'hélicoptères.

Les différents aciers de nitruration les plus utilisés sont donnés dans le tableau -I-4 :

C%	Cr%	Al%	Mo%	V%	Température d'austénitisation (°C)	Température de revenu(°C)	Milieu de trempe
0.3	1.5	1.2	0.25	-	900	600 à 700	Eau
0.45	1.5	1.2	0.25	-	880	600 à 700	Eau
0.35	3	-	0.30	0.30	850	600 à 700	Eau

I-12- Phénomène de diffusion :

Le traitement de nitruration des aciers met en jeu le phénomène de diffusion non seulement d'une seule espèce mais nécessairement plusieurs. Donc pour bien étudier ce phénomène, il faut prendre en compte tous les éléments de l'acier, tous les défauts ponctuels qui participent à la diffusion et les processus aux interfaces décrits en terme de réactions chimiques.

Le mécanisme de diffusion dans le cas de la nitruration du fer pur s'effectue en deux étapes figure(1-8) :

- La phase gazeuse réagit avec la phase solide Fe- α pour former la phase ε -Fe_{2,3}N.
- On retrouve la diffusion consécutive à la formation d'un gradient de concentration en azote entre la phase ε et la phase α .

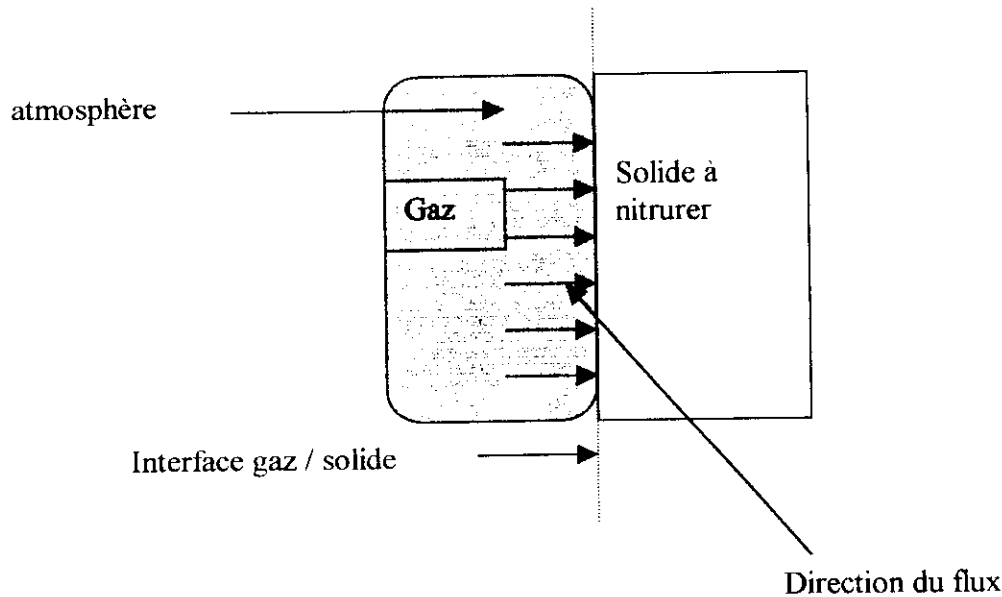


Figure -I-8- : mécanisme de diffusion de l'azote

Dans le cas d'un couple de diffusion semi-infini, le chemin de diffusion est unique quelque soit le temps de recuit isotherme et que la croissance des couches est parabolique.

I-13- Mécanisme de diffusion de l'azote :

L'azote a un rayon atomique plus faible que celui de carbone. Il diffuse plus facilement dans les aciers pour se combiner au fer et aux éléments d'alliage pour former des nitrures et carbonitrures. La formation du nitrure de fer Fe₄N entraîne un durcissement structural s'accompagnant d'une fragilité.

Les bonnes caractéristiques obtenues par nitruration ne s'expliquent pas seulement par la formation des nitrures de fer, mais par la présence d'éléments d'alliage ayant une grande affinité pour l'azote.

L'azote se combine aux éléments d'alliage et provoque la formation des nitrides qui se dispersent dans la matrice ferritique d'une façon homogène. Ils entraînent une grande dureté macroscopique par blocage des dislocations.

Le phénomène de diffusion se complique par modification de la cinétique par l'effet de :

- ❖ Ralentissement de ce phénomène par réduction du nombre de sites interstitiels.
- ❖ La modification du gradient de concentration liée à la fixation sélective de l'azote en entraînant un ralentissement de la diffusion.

L'évolution de la fraction massique de l'azote en fonction de la profondeur x peut être décrite par les lois de diffusion établis par Fick.

Lois de Fick :

Dans le cas d'une diffusion unidirectionnelle, on peut exprimer la densité du flux d'azote J_d , pour de faibles concentrations d'azote.

$$J_d = -D \cdot \frac{dc}{dx} \dots\dots\dots(1).$$

Où :

D : coefficient de diffusion macroscopique [cm^2/s]. ce coefficient varie selon une loi type d'arrhenius en fonction de la température comme suit :

$$D = D_0 \exp(-\Delta H/RT) \dots\dots\dots(2).$$

Où:

ΔH : enthalpie de diffusion de l'azote dans le fer- α [joule] ;

$$\Delta H = 77900 \text{ [J/K.mol]}.$$

R : constante des gaz parfaits ; $R = 8.314 \text{ J/K.mol}$.

T : température [Kelvin].

D_0 : coefficient initial de diffusion de l'azote ; $D_0 = 6.67 \cdot 10^{-7} \text{ (cm}^2/\text{s)}$.

La relation (1) est la première loi de Fick. La deuxième loi est obtenue par les lois de conservation de matière. Cette loi est écrite dans le cas uniaxial comme suit :

Conservation du bilan matière :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left[D \cdot \frac{\partial c}{\partial z} \right] \dots\dots\dots(3).$$

On supposant que D est constant au cours d'essai. L'équation (3) devient :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \cdot \frac{\partial^2 c}{\partial Z^2} \dots\dots\dots(4).$$

La résolution de cette équation pour les conditions initiales et aux limites suivantes : $T=0$; $C(z,0)=0$ et $C(0,t)=C_0$; $t>0$, donne dans le cas d'un milieu semi-infini l'expression suivante :

$$C(x,t)=C_0 \operatorname{erfc} (x/2\sqrt{Dt}) \dots\dots\dots(5).$$

Avec erfc, la fonction erreur complémentaire et C_0 la concentration d'azote initiale.

I-14-Modélisation du phénomène de diffusion dans les aciers:

La modélisation du comportement de l'acier impose une simplification du problème du fait de l'interaction entre les diverses espèces diffusantes. Cette interaction se traduit à trois niveaux.

1. l'interaction des flux est décrite par une généralisation de la première loi de Fick en tenant compte des gradients des divers espèces diffusantes.
2. le potentiel chimique de chaque espèce est une fonction des concentrations de toutes les espèces présentes et qui se modifient au cours de la diffusion.
3. les modifications de compositions produisent une variation du paramètre de la maille cristalline. Ce qui engendre des contraintes élastiques de cohérence qui assurent la continuité du réseau cristallin. Elles agissent sur le flux de diffusion.

Dans le cas de la nitruration du fer pur, le seul élément diffusant est l'azote dans la matrice ferritique. Il est donc possible de faire une modélisation proche de la réalité.

Pour la nitruration des aciers alliés où plusieurs éléments d'alliages entrent en jeu, la situation devient plus complexe, il faut, dans ce cas, faire de bons choix pour modéliser c'est à dire introduire dans l'algorithme de calcul des coefficients d'inter diffusion propres à chaque espèce, les concentrations en azote relatives à chaque profondeur et la mise en jeu des interactions binaires au cours du processus.

CHAPITRE II : LE MICRO PERCUTEUR**(OU IMPACTEUR A ENERGIE D'IMPACT CONTOLEE)****II-1 :Introduction :**

Le problème d'érosion par des particules solides est très posé. Pour résoudre ce problème il faut avoir certaines données concernant la forme, les caractéristiques et l'énergie d'une particule et chercher les effets d'un et/ou de multiples impacts en un point donné.

Dans le cadre de l'étude de ce problème, le processus d'endommagement est simulé avec une machine de marquage dite « le micropercuteur ».

II-2 :Description du micropercuteur :

La micropercussion se fait à l'aide d'une tête de marquage appelée stylet, fixée sur une table à mouvements (X,Y) pilotée par un moteur pas à pas. L'ajustage de la hauteur de la tête de marquage par rapport à la pièce est réglable à l'aide d'une manivelle figure(II-1).

Un micro-ordinateur de commande, gère le marquage par l'intermédiaire d'un programme CN200 sous environnement Windows

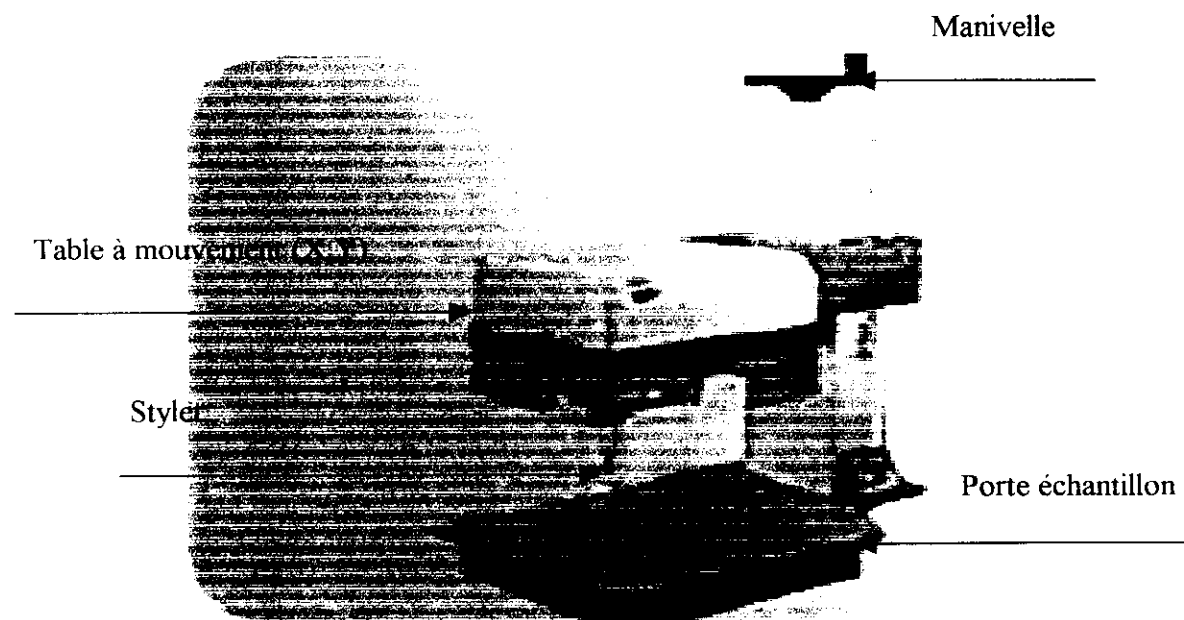


Figure-II -1- : Le micro percuteur (Machine de marquage).

Le marquage d'une pièce est effectué par le déplacement d'une pointe en cermet dans le stylet.

Pour commander le mouvement de la pointe, deux modes de propulsion sont à notre disposition : les modes électromagnétique et pneumatique.

Suivant les modes d'alimentation, deux types de stylet sont fournis : stylet électromagnétique et stylet pneumatique.

II-2-1 :Stylet électromagnétique :

En mode électromagnétique, le mouvement descendant de la pointe logée dans un guide, et assuré par un poussoir électromagnétique.[13]

Le mouvement vertical du poussoir, logé dans l'électro-aimant, va être généré par la force magnétique produite par l'électro-aimant. Celui-ci est excité par le passage d'un courant dans la bobine d'excitation pendant un temps t , appelé temps de baisse lors de la descente et temps de levée lors de la remontée du poussoir.

Les temps de descente et de remontée du poussoir sont commandés successivement par les temps de baisse et de levée. Ils sont gérés par deux commandes du programme WmC200 désignés par les codes t_b et t_l variant de 1 à 180 ms.

Quand le circuit d'excitation est fermé, le poussoir est bloqué en fin de course.

Le rappel du poussoir est assuré par l'électro-aimant en fixant le temps de levée et par un ressort de rappel incorporé dans l'électroaimant.

Ce pendant, la remontée de la pointe est assurée par la libération de la force exercée par le poussoir et le ressort de rappel logé dans le guide pointe.

La force électromagnétique est réglée à l'aide d'un code machine désigné dans le programme de marquage par le code CT (code trait). La gamme des valeurs disponibles varie de 0 à 6 dont la valeur CT 0 correspond au niveau énergétique le plus bas.

La figure (II-2) ainsi que la coupe transversale figure(II-3) représentent le montage des différents composants constituant le stylet électromagnétique.

Il s'agit d'une pointe en cermet monobloc. Elle est composée d'un mélange fritté de carbures de tungstène et de cobalt dont la composition chimique est donnée en tableau II-2. la partie inférieure cônica, est terminée par une calotte sphérique dans les diamètres usuellement disponibles sont : 200,400,600 et parfois 1000 μ m.

La pointe est introduite avec un ressort de rappel dans un guide pointe. L'ensemble est fixé à l'aide de cette dernière au bloc électromagnétique. Ainsi le poussoir reste en contact avec la pointe.

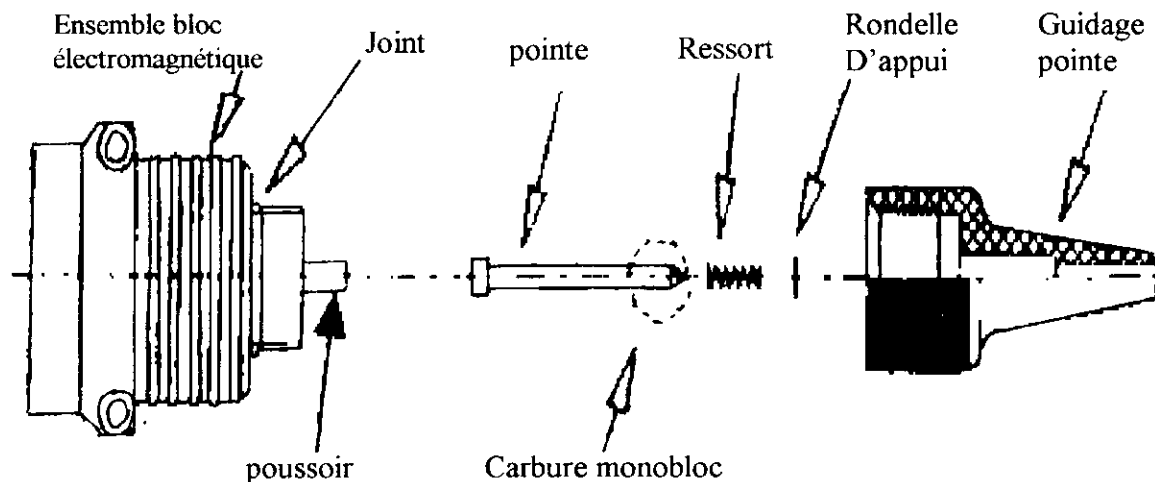


Figure II-2 : Composant du stylet électromagnétique

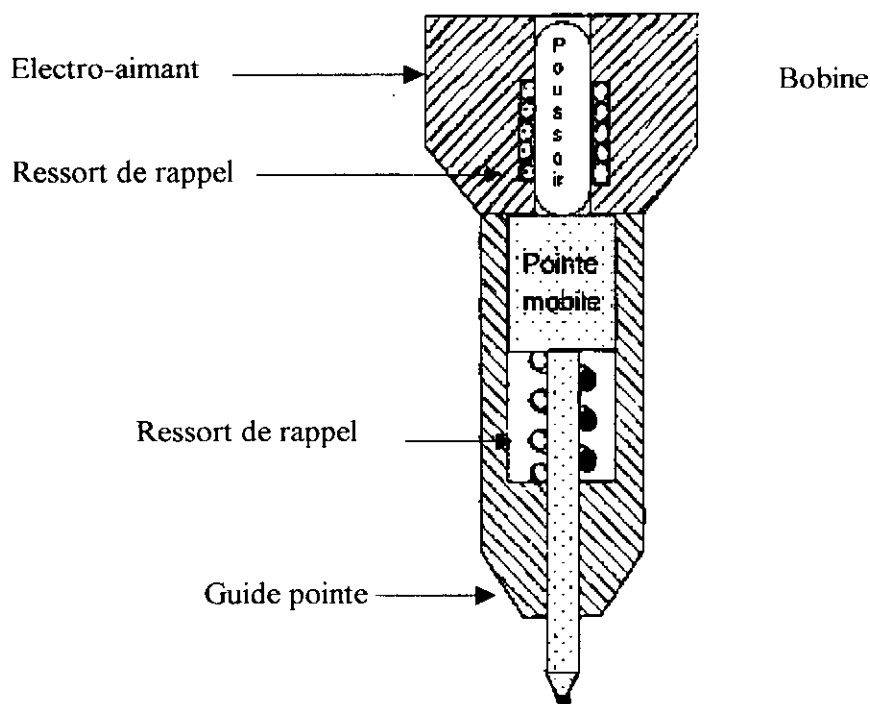


Figure II-3 : Coupe schématique du stylet électromagnétique.

II-2-2 : Stylet pneumatique :

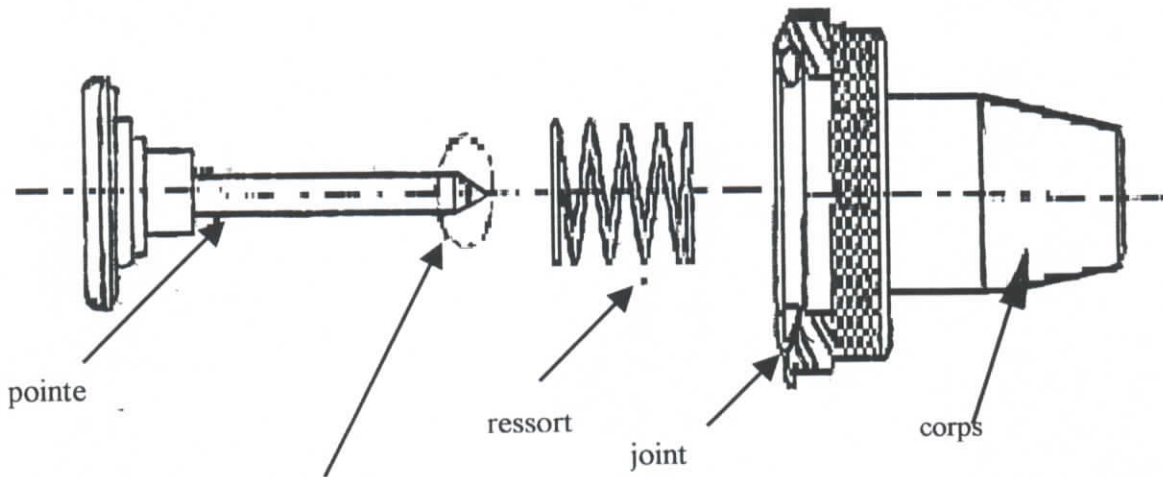
En mode pneumatique, le mouvement de descente de la pointe est engendré par de l'air comprimé jusqu'à des pressions pouvant atteindre 6 bars.

La pression pneumatique est réglée à l'aide d'une électro-vanne commandée par un code machine désigné dans le programme de marquage par le code CT (code trait). La gamme des valeurs disponibles du code varie de 0 à 6. la valeur CT 0 correspond au niveau de pression le plus bas.

La remontée de la pointe est assurée en premier par l'énergie restituée par libération de la pression et dans un deuxième temps par le ressort de rappel logé dans le corps.

La figure(II-4) représente le montage des différents composants qui constitue le stylet pneumatique.

Les diamètres de pointes sont identiques à ceux de mode électromagnétique.



Insert en carbure pour stylets N°0 et 1
Carbure monobloc pour stylet N°2

Figure -II-4 : Composant du stylet pneumatique

Le stylet pneumatique a fait l'objet d'une étude d'étalonnage en vitesse fait par Yves Gachon [14]. Il a utilisé un système LDV (laser doppler velocimetry, traduit en français par vélocimétrie laser à effet doppler). Pour déterminer la vitesse moyenne de descente de la tête de la pointe en fonction de la pression d'air comprimé. Une loi empirique a été déterminée à partir de la courbe présentée sur la figure(II-5).

$$V(\text{m/s}) = 0.1103 P(\text{bar}) + 0.6245.$$

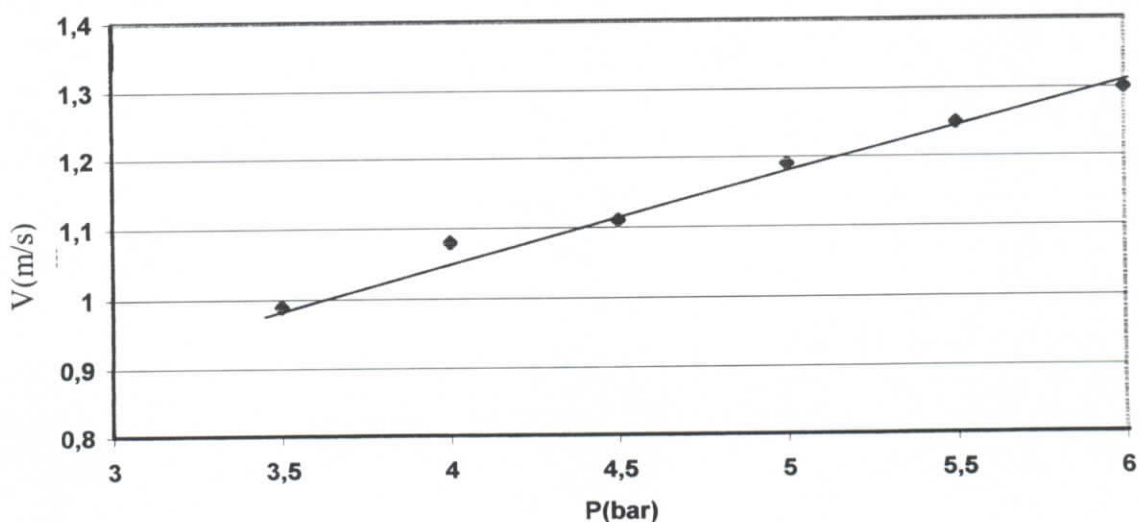


Figure II-5 : Vitesse de descente de la pointe en fonction de la pression d'air comprimé à l'entrée.

Les énergies cinétiques moyennes de la pointe pour ces différentes pressions sont reportées dans le tableau II-1 :

Pression en manomètre du percuteur en bar	Vitesse moyenne en (m/s)	Energie cinétique en mJ
3.5	0.99	7.85
4	1.08	9.35
4.5	1.12	10.08
5	1.19	11.27
5.5	1.25	12.46
6	1.26	12.69

Tableau II-1 : Vitesse et énergie cinétique de la pointe en fonction de la pression au manomètre d'entrée du micropercuteur.

II-3 : Propriétés des pointes :

Généralement les propriétés mécaniques et la composition chimique des pointes utilisées en carbures de tungstène cobalt (WC-Co) de nuance type Glou K20. sont résumées dans le tableau (II-2) :

Composition chimique (% poids)		Densité (g/cm ³)	Dureté Hv	Module de Young (H bar)	Coefficient de dilatation (0 à 600C°)	Granulométrie (μ m)
WC	Co					
93.5	6.5	14.9	1890	62000	4.10 ⁻⁶	2.5

II-4 : Le mode utilisé dans notre étude :

Dans notre étude, nous avons privilégié l'utilisation du micropercuteur en mode électromagnétique. La raison principale de notre choix a été, a priori, la plus large gamme de puissance d'impact apparemment disponible, on peut adjoindre comme raison également la meilleure maîtrise au niveau des impacts multiples.

De part le mode de fonctionnement, il a été constaté que l'impact dû à une propulsion électromagnétique est d'autant plus faible que l'on rapproche l'échantillon de la pointe. Celle-ci subit un déplacement progressif dû à une accélération électromagnétique constante préprogrammé dans le logiciel de commande.

Au contraire l'impact par propulsion pneumatique est d'autant plus fort que l'échantillon est proche de la pointe.

II-5 : Méthode de réalisation d'impact :

5-1 : Principe :

Les impacts ont pour but d'induire des déformations plastiques (principe même de marquage) sur l'acier 32CrMoV13 et de répéter autant de fois que nécessaire cette opération.

5-2 : Préparation des échantillons :

Des morceaux d'échantillons sont tronçonnés avec une micro-tronçonneuse équipée d'une meule fine afin de réaliser une découpe précise. On s'assure ensuite de la bonne planéité des surfaces sur lesquelles vont être effectuées nos impacts.

5-3 : Fixation de l'échantillon :

Les échantillons sont placés dans un porte échantillon spécialement conçu pour éviter toute vibration pendant les impacts.

5-4-Réglage des paramètres :

Une fois l'échantillon fixé. Nous allons effectuer le réglage afin de réaliser les impacts dans les conditions voulues. C'est à dire pour commencer, il faut:

- Placer un diamètre judicieux de pointe (400 μ m, 1mm, 2 mm). Plus le diamètre est grand, plus les contraintes sont réparties.
- Introduire les coordonnées du point d'impact sur la surface de l'échantillon.
- Choisir le nombre d'impacts à réaliser (de 1 à 50).

- Introduire les distances verticales et horizontales entre chaque point d'impacts désignées par un logiciel (on utilise toujours les valeur 0).
- Sélectionner l'accélération automatique désignée dans le logiciel de marquage CT (0 à 6).
- Régler la hauteur de l'impact : distance entre la surface de l'échantillon et de la pointe.
- Choisir le nombre de cycles d'impacts à effectuer.

II-6 : Analyse micrographique de l'effet des impacts :

II-6-1 : Observation au microscope optique :

Il s'agit de la technique la plus simple d'utilisation et qui permet de voir immédiatement la structure des échantillons, ainsi que leurs éventuelles modifications.

Les observations sont effectuées en vue de dessus ce qui permet de donner une information globale de l'impact. Cette vue met aussi en évidence l'évolution du diamètre de l'impact en fonction de nombre de cycles ainsi que l'apparition de débris et de copeaux autour de l'impact.

II-6-2 : Observation au microscope électronique à balayage (MEB) :

Le microscope électronique à balayage repose sur l'utilisation d'un faisceau d'électron qui vient "taper" la surface à observer. Le faisceau réémis par l'échantillon est analysé et permet l'obtention d'une image.

Cette technique permet d'effectuer une observation de surface en très fort grossissement et aussi une observation des différentes phases présentes dans le matériau.

II-6-3 : Microdureté :

Le microduromètre est un appareil qui permet de connaître les microduretés Vickers Hv des aciers, ainsi nous pouvons effectuer un profil de dureté en fonction de la profondeur afin de caractériser les TTS des aciers nitrurés.

II-7 : Conclusion :

Tous ces dispositifs mis à disposition, vont nous permettre de réaliser les essais sur les aciers nitrurés.

En plus le micro percuteur permet :

- ◆ La fiabilité industrielle, c'est à dire une bonne reproductibilité entre impacts.
- ◆ Une maîtrise de l'énergie d'impact (0.1 à 100 mJ).
- ◆ Une vitesse d'impact contrôlée (0.1 à 2.4 m/s).
- ◆ La capacité de faire des essais de fatigue.

CHAPITRE III :**III : PITTING****III-1 : Définition et présentation :**

Différents termes sont utilisés dans la littérature pour désigner le phénomène de pitting mais certains d'entre eux représentent des processus différents de celui étudié. Soit parce qu'ils considèrent un stade plus avancé de la dégradation soit parce qu'ils désignent une échelle d'observation différente.

Ainsi, piqûres et micro-piqûres (ou dans la terminologie anglaise pitting et micro-pitting) sont des endommagements de surface à faible profondeur. Les fissures de micro-pitting n'excèdent pas en générale $20\ \mu\text{m}$ de profondeur et une fois qu'elles sont amorcées, le fonctionnement peut les faire progresser plus profondément dans le matériau et provoquer alors un micro-pitting plus étendu appelé simplement pitting.

Cette dégradation des surfaces apparaît sur les dentures soumises à des sollicitations de pressions de contact répétées et cycliques et se caractérise par une fissuration peu profonde pouvant entraîner l'usure par écaillage. C'est le mode de rupture le plus courant des dents d'engrenage qui sont soumises aux fortes contraintes de contact Hertziennes et à de très nombreux cycles de sollicitation.

La microfissure peut apparaître à différents endroits :

- soit à la surface d'une dent d'engrenage (30 à 40° par rapport à la surface),
- Soit à une faible profondeur sous la surface. La propagation s'effectue alors sur une distance parallèlement à la surface.

Cependant, les mécanismes qui conduisent à la formation de ces microfissures ne sont pas élucidés complètement car les causes qui peuvent leur donner naissance sont très nombreuses. Les plus importantes d'entre elles sont présentées dans le paragraphe 3.

En général, on rencontre ce phénomène dans les engrenages et le plus souvent dans les matériaux utilisés pour la fabrication des engrenages tel que l'acier 32CrMoV13 nitruré.

III-2 : Application aux engrenages :

Pour des applications sur des engrenages en milieu lubrifié, le contact s'effectue avec une combinaison de roulement et de glissement. Les propriétés visqueuses du lubrifiant et la géométrie des pièces en contact interviennent alors de façon importante sur la nature de contact et sur les sollicitations subies par le matériau. [15]

Les observations ont montré que lorsque du glissement accompagne le roulement tout film d'huile est cisailé, entraînant un effort de traction résultant et un échauffement visqueux beaucoup plus important qu'en roulement pur.

Quand les contraintes maximales de cisaillement remontent vers la surface, pouvant ainsi induire des endommagements superficiels. C'est pour cette raison que le pitting est un phénomène de fatigue de contact observé sur les engrenages.

Son apparition sur les dentures ne se fait pas au hasard et certaines zones sont plus exposées que d'autres. En effet, dans le cas d'engrenage à axes parallèles, il n'y a roulement pur que lorsque le point de contact entre les deux profils se trouve sur les cercles primitifs de fonctionnement des deux engrenages. Au dessus et dessous, de ce point, il y a combinaison de mouvement de roulement et de glissement, la vitesse de glissement augmente d'autant plus que l'on s'éloigne de cercle primitif.

Les figures (1-a) et (1-b) représentent deux dents respectivement en début et fin d'engrènement où la direction de la vitesse d'engrènement (R) et la direction de la vitesse de glissement (G) ont été reportées. La vitesse (R) est constante pour toutes les dents quelle que soit la position du point de contact au-dessous du cercle primitif. Par contre, la vitesse (G) change de sens et est différente sur l'engrenage mené et sur l'engrenage menant.

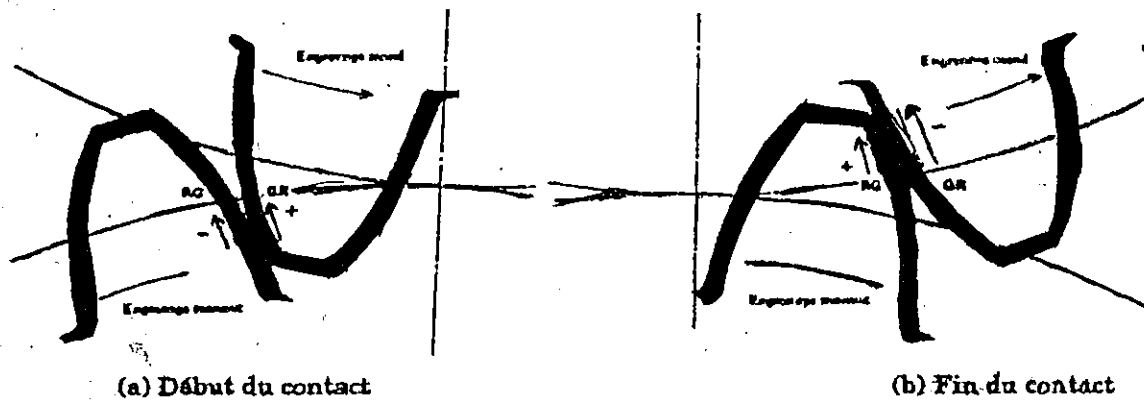


Figure III-1 : Description de l'engrènement de deux pignons.

Un glissement positif est défini comme un glissement où G et R sont orientés dans la même direction alors qu'un glissement négatif est défini lorsque G et R sont dans des directions opposées. Le glissement négatif se produit au-dessous du primitif à la fois pour l'engrenage mené et pour l'engrenage menant comme le montre la figure 1. C'est la condition de contact qui est considérée comme la plus défavorable.[16]

Comme la roue menante est l'organe le plus sollicité à cause de son nombre de dents plus faible, si le pignon et la roue sont réalisés dans le même matériau, la fatigue de surface apparaîtra dans la partie située au-dessous du cercle primitif. Ce sera en général l'inverse si le matériau de la roue a des caractéristiques bien inférieures à celles du matériau du pignon.

III-3 : Causes principales :

Les progrès effectués sur l'affinement des aciers lors de leur élaboration sous vide et des refusions sous vide ou sous laitier permettent de réduire notablement la présence d'inclusions augmentant de même coup les durées de vie des pièces [17] Ces inclusions sont souvent responsables d'amorces de fissures en sous-couche.

La formation de pitting est grandement dépendante du rapport de glissement/roulement. A pression de contact donnée, plus le glissement est faible, plus la durée de vie est importante comme l'a montré Graham et al[18].

L'épaisseur du film d'huile entre les deux surfaces en contact est également un paramètre universellement reconnu comme favorisant l'apparition du pitting [19].

Ainsi sur les dents d'engrenage, les écailles peuvent être amorcées en surface. C'est souvent le cas des faibles épaisseurs de film d'huile. Dans une telle configuration, les contacts métal/métal sont courants et ils entraînent des surcontraintes locales relativement élevées liées à l'augmentation du frottement [20,21,22].

Les interactions entre aspérités ou des contacts sur des défauts, tels que des piqûres ou des sillons de rectification, provoquent également des amorces de fissures en surface plutôt qu'en sous couche.

Au contraire, dans le cas d'engrenages fonctionnant sous grande vitesse, avec une finition de surface lisse, un film d'huile « complet » se forme et l'amorçage de fissures en sous-couche est plus fréquent qu'en surface.

Comme le montre les observations précédentes, la rugosité des surfaces joue aussi un rôle très important dans l'apparition du pitting. L'endommagement semble apparaître sur les dents d'engrenages avec des surfaces rugueuses.[19,20,23]. Spécialement quand ils sont lubrifiés avec des lubrifiants de faible viscosité. Par contre, les finitions de type poli-miroir par un meulage spécial (superfinition) semblent éliminer le micro pitting.

Par ailleurs, le phénomène de micro-pitting peut apparaître et s'arrêter automatiquement après que les conditions tribologiques aient été améliorées par le fonctionnement sans évoluer de façon catastrophique vers du pitting.

III-4 : Conclusion :

D'après de ce que nous avons vu, il apparaît que le pitting est une micro fissuration des surfaces de contact pouvant déboucher sur de l'écaillage, qui peut entraîner la ruine prématurée des engrenages en service. C'est un phénomène complexe pour lequel les paramètres importants sont les suivants :

- La pression de contact.
- L'influence des caractéristiques physico-chimiques des lubrifiants.
- La cinématique du déplacement dans les engrenages (roulement-glissement) et les efforts de contact associés.
- L'état de contraintes dans le matériau.
- Les caractéristiques métallurgiques (structure, composition,) et physique des couches (dureté, limite d'élasticité,) et les propriétés de frottement.
- La rugosité des surfaces en contact.

CHAPITRE IV

TRANSFORMATION TRIBOLOGIQUE
SUPERFICIELLE "TTS"

CHAPITRE IV :**IV : TRANSFORMATION TRIBOLOGIQUE SUPERFICIELLE "TTS"****IV-I : Etude de l'acier nitruré :****IV-I-1 : Introduction :**

Les pièces utilisées dans notre étude ont été fournies par Eurocopter, dans les boîtes de transmission des hélicoptères, les engrenages (pignons), selon le type de sollicitation auxquels ils sont soumis, peuvent subir différentes dégradations de surface, correspond à une usure par microécaillage. Cette dégradation est particulièrement préjudiciable au bon fonctionnement du système car elle peut conduire à la rupture.

L'objectif de notre étude a été, de mettre en évidence d'éventuelles transformations tribologiques de surfaces (TTS) à l'aide d'un impacteur à énergie contrôlée. Présenté dans le chapitre II.

IV-I-1-1 : Matériaux étudiés :

Les matériaux étudiés sont des aciers faiblement alliés de nuance 32CrMoV13 qui ont subi un traitement de surface appelé « nitruration ».

IV-I-1-2 : Acier de référence 32CrMoV13 :

Le matériau 32CrMoV13 représente notre matériau de référence dont la composition chimique est :

Elément	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Mo	V	Fe
Minimum	0.29	0.10	0.40	≤	≤	2.80	≤	0.70	0.15	Le reste
Maximum	0.36	0.40	0.70	0.020	0.025	3.30	0.30	1.20	0.35	

- traitement thermique :
Trempe à l'huile (940/960°C)-revenu ($\geq 620^\circ\text{C}$),
Rectification d'environ 0.20 mm.
- caractéristiques mécaniques :
dureté : $395 \pm 5\text{HV}_{500}$.
Traction dans le sens long (EUROCOPTER) : résultat conformes à la norme AIR.

R(MPa)	R _{0.2} (MPa)	A _{5.65} (%)	KCU(daJ/cm ²)
1108	979	17.5	12.4

Limite de fatigue en traction-compression : 975 MPa à 10⁷ cycles (Petiot 1992).

Limite de fatigue en flexion rotative : 540MPa (EUROCOPTER).

Limite de fatigue en flexion rotative, avec fretting : 160MPa (EUROCOPTER).

Rugosité échantillons : Ra= 0.35 ± 0.05 μ m.

IV-1-3 :Type de pièces fournies :

Les échantillons fournis ont normalement tous subit une rectification plus ou moins fine car nous obtenons deux états de surface :

- Brut de rectification.
- Superfinition.

De plus certains de ces états de surface ont eu un traitement particulier (UCCB) à Eurocopter, UCCB étant de la cire que l'on applique sur la surface afin de protéger cette zone de l'attaque chimique.

Donc les pièces fournies sont différentes de par :

- La rectification des échantillons qui est plus ou moins fine.
- Les différentes meules (B76, B46, B25) utilisées pour effectuer la rectification.

La liste des échantillons est comme suite :

EPN°7603 EPN°7605	Meule B76 Meule B76	Brut de rectification Superfinition
EPN°4601 EPN°4604	Meule B46 Meule B46	Brut de rectification Superfinition
EPN°2502 EPN°2506	Meule B25 Meule B25	Brut de rectification Superfinition

IV-II : Transformation tribologique superficielle "TTS"

IV-II-1 : Introduction :

Les essais ont consisté à effectuer des impacts successifs afin de réaliser une transformation tribologique des zones nitrurées. Nous étudierons ces transformations tribologiques des surfaces induites par impacts, dans le cas des aciers nitrurés dépourvus de la couche de combinaison externe.

La caractérisation de ces TTS, seront analysées par différentes techniques, allant de l'observation en microscopie optique à l'observation en microscopie électronique à balayage ainsi que des études de nanodureté.

IV-II-2 : Conditions expérimentales :

IV-II-2-1 : Les échantillons :

Les échantillons proposés ont tous été donnés par Eurocopter. Notre objectif étant de comparer l'apparition de TTS sur les deux états de surface différents, nos essais ont donc été effectués à chaque fois sur un acier nitruré ayant été rectifié :

- En brute de rectification.
- En super finition.

IV-II-2-2 : conditions des essais :

On procède aux essais en faisant varier les différents paramètres du micropercuteur présentés dans le chapitre II. Certains de ces paramètres comme la hauteur de bille et code trait agissant sur la force exercée sur notre acier (tableau IV-1), nous ont permis d'obtenir un premier aperçu des déformations plastiques provoquées par les impacts.

H(en mm)	CT0	CT1	CT2	CT3	CT4	CT5	CT6
0.2	58	68	97	107	115	123	132
0.4	90	94	#	#	#	#	#
0.6	103	119	#	#	#	#	#
0.8	117	130	#	#	#	#	#
1	124	142	#	#	#	#	#
2	146	186	318	369	#	#	#
3	124	174	294	345	474	617	#

Tableau -IV-1: Forces sur le micropercuteur.

Après une série d'essais, nous avons retenu les paramètres :

- ❖ Diamètre de la pointe = 400 μ m ; 1mm ; 2mm.
- ❖ Hauteur de la pointe par rapport à l'échantillon = 2mm.
- ❖ Code trait = E(V)1.
- ❖ Nombre de cycles : 1 à 50000.
- ❖ Force d'impact donner en Newton.

Donc après observation on a choisi une force de 186N et toutes nos expériences seront effectuées à partir de ces paramètres.

IV-3 : Préparation du mode opératoire :

1^{ère} étape : Mesure des distances centre de l'impact-bord pour la coupe transversale :

Le diamètre étant très petit (quelques centaines de microns), il est donc nécessaire de connaître la distance qui sépare son centre de l'extrémité de l'échantillon afin que le polissage effectué soit le plus précis possible. A l'aide d'un microscope optique, d'une caméra et d'une imprimante, il nous est possible de mesurer cette distance.

2^{ème} étape : le tronçonnage :

Il consiste à découper un morceau de notre échantillon, afin de pouvoir analyser et effectuer nos expériences.

Après la découpe on rince l'échantillon à l'acétone afin de le nettoyer de la graisse et des autres impuretés.

3^{ème} étape : l'enrobage :

Pour faciliter la manipulation des échantillons, on les enrobe individuellement à l'aide de la presse à enrober et d'une résine que l'on place dans la presse.

4^{ème} étape : le polissage :

Il doit être le plus précis possible et doit permettre l'obtention d'une surface dite « miroir » c'est à dire ne comprenant aucune rayure.

Pour cela on commence par utiliser des papiers émeri à granulométrie croissante jusqu'au polissage de finition en utilisant de la pâte diamantée ou l'alumine.

5^{ème} étape : l'attaque :

Afin de révéler la structure des échantillons et ainsi permettre une meilleure observation, on procède à une attaque des surfaces au Nital 4%.(96ml d'alcool éthylique + 4 ml d'acide nitrique)

Les échantillons sont alors prêts pour être observés.

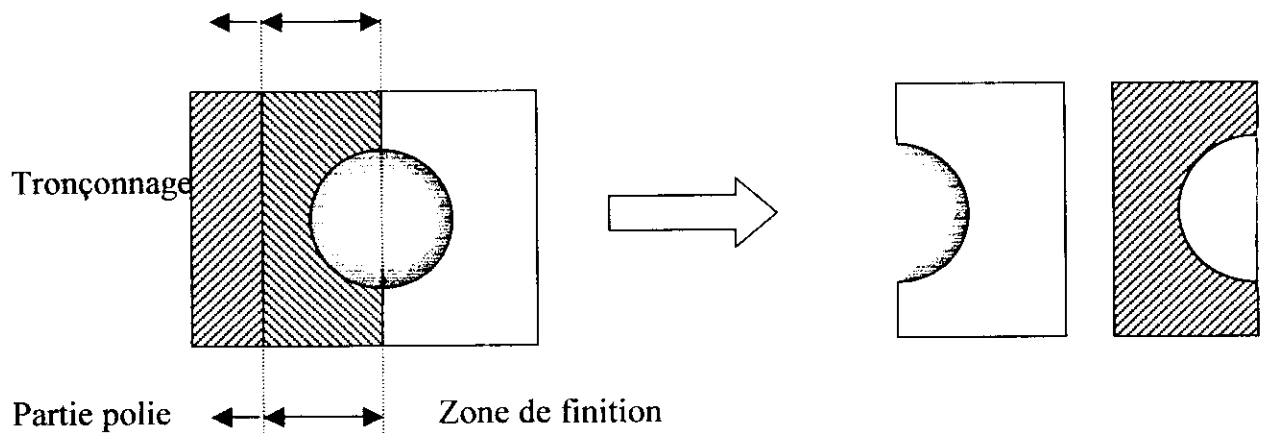


Figure-IV-1 : Coupe d'empreintes de micropercussion.

Microdureté :

Partant du fond de l'empreinte d'impact, nous avons tracé le profil de dureté de la TTS suivant le schéma représenté par la figure-IV-2 :

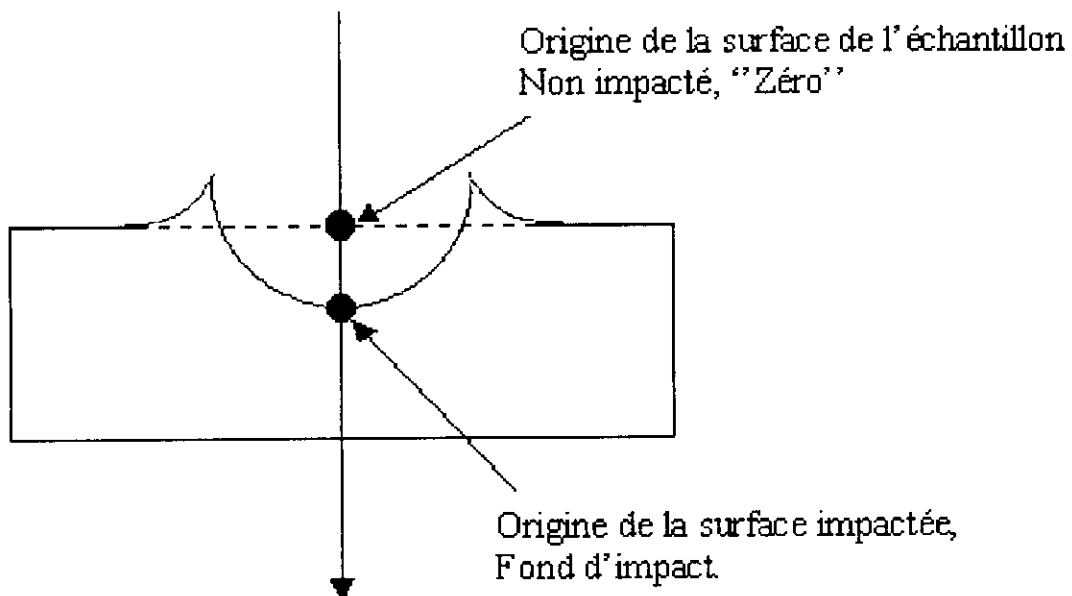


Figure-IV-2 : principe de réalisation d'un profil de microdureté.

IV-4 :Expériences réalisées et analyse microscopique des multi-impacts :***IV-4-1 : Dureté en fonction de la profondeur rectifiée :******IV-4-1-1 : Expérience :***

Pour cette expérience nous avons utilisé un échantillon de chaque lot : 7603 , 7605, 4601 , 4604 , 2502 et 2506.

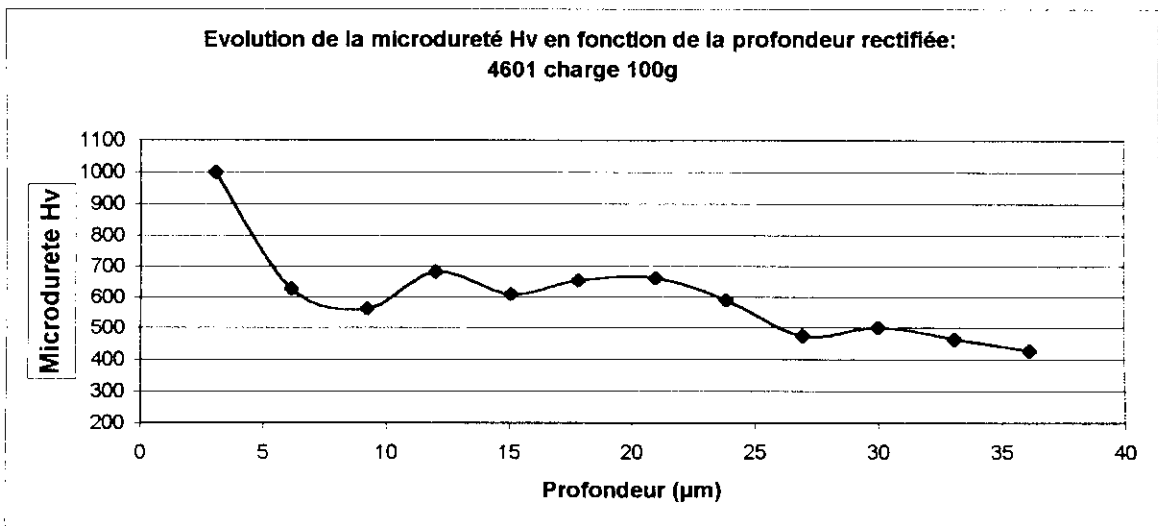
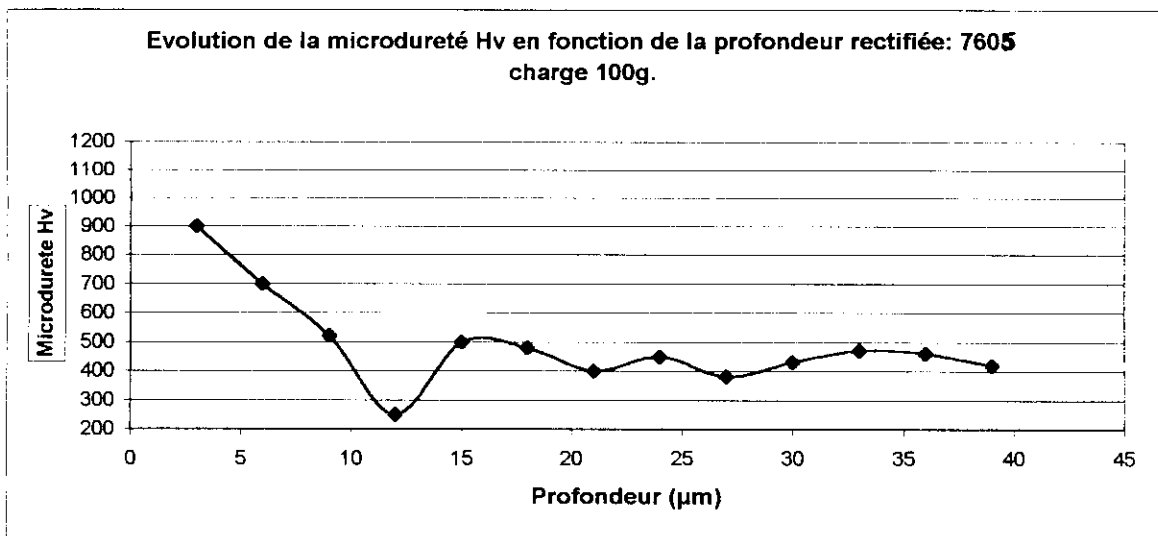
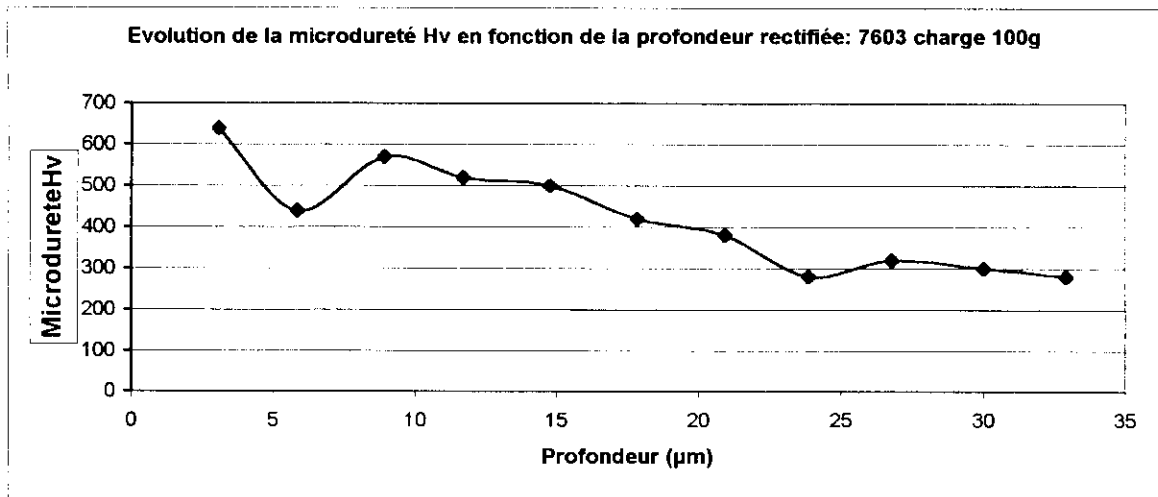
Nous avons, analysé la dureté en profondeur dans la zone rectifiée de chaque échantillon.

IV-4-1-2 :Profil de dureté :

Pour connaître le profil de dureté en fonction de la profondeur de rectification, on effectue les analyses de duretés sur les échantillons étudiés.

On réalise la microdureté Vickers sous une charge de 100g en augmentant la profondeur de la zone rectifiée.

On remarque que le profil de dureté diminue au fur et à mesure que l'on progresse dans la zone traitée qui se termine par un palier qui se forme entre 400 et 500 Vickers.



IV-5 : Dureté en fonction du nombre de cycles :**IV-5-1 : Expérience :**

Ces expériences ont été réalisées avec un diamètre de bille de 1 mm.
Les échantillons utilisés sont :

- 2502 (brute de rectification).
- 7605 (superfinition).

On réalise les essais en augmentant progressivement le nombre d'impacts pour une force prise constante (186 N). Les nombres d'impacts sélectionnés sont 1, 200, 1000, 5000, 10000 et 20000.

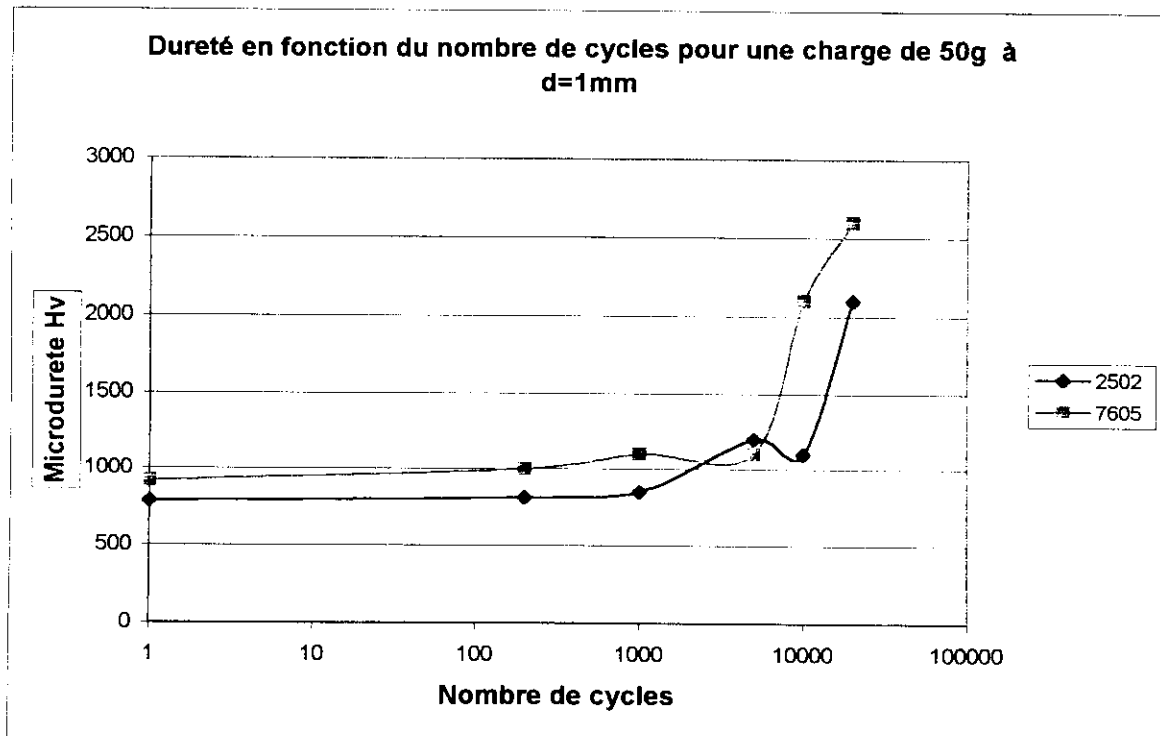
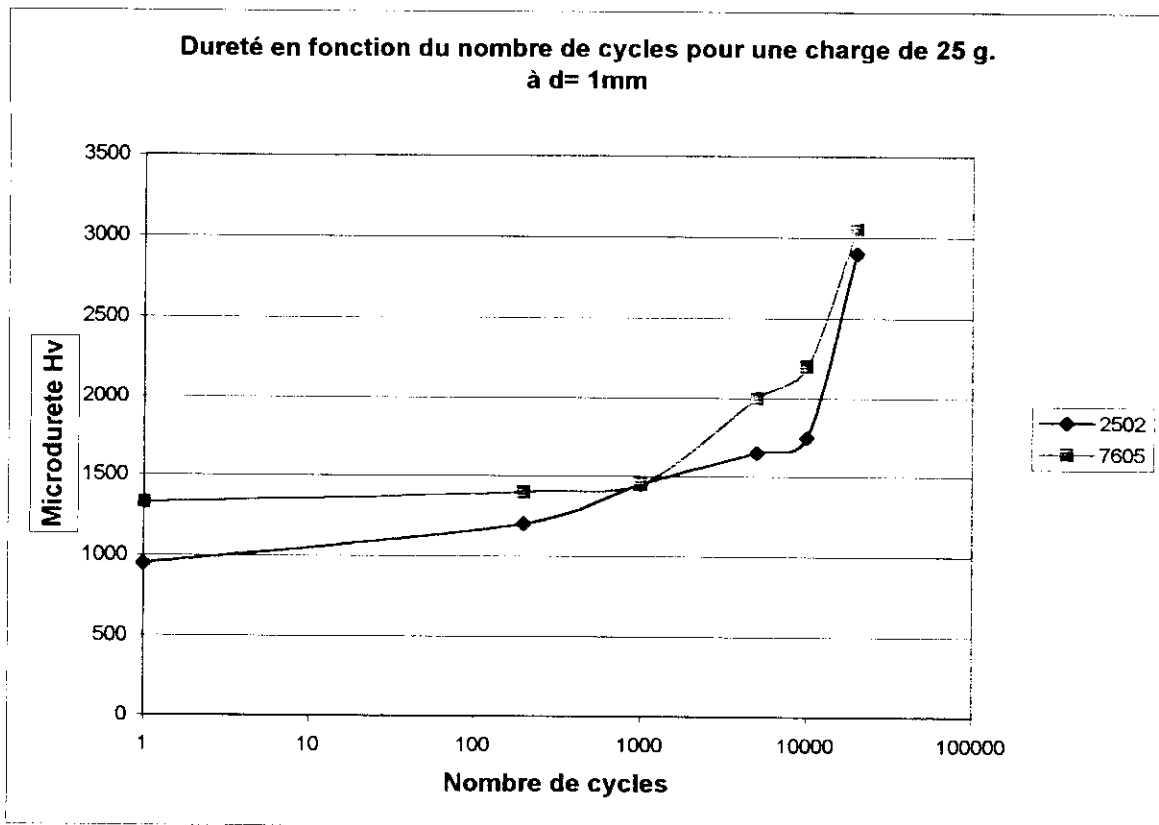
IV-5-2 : Profil de dureté :

Afin de savoir si la répétition des impacts a provoqué une modification de dureté, on réalise un profil de microdureté sur les deux échantillons.

On effectue des duretés avec une charge de 25g et 50g.

On remarque que la dureté varie en fonction de la charge. En effet, dans le domaine de la micro dureté, il est établi que plus la charge est faible, plus la dureté est élevée.

La dureté varie aussi en fonction du nombre de cycles. Plus on augmente le nombre de cycles, plus la dureté devient importante comme le montre les deux courbes suivantes :



IV-6 : Diamètre d'impact en fonction du nombre de cycles :**IV-6-1 : Expérience :**

Ces expériences ont été réalisées avec un diamètre de bille de 1mm.
Les échantillons utilisés sont :

- 7603 (brute de rectification).
- 7605 (superfinition).

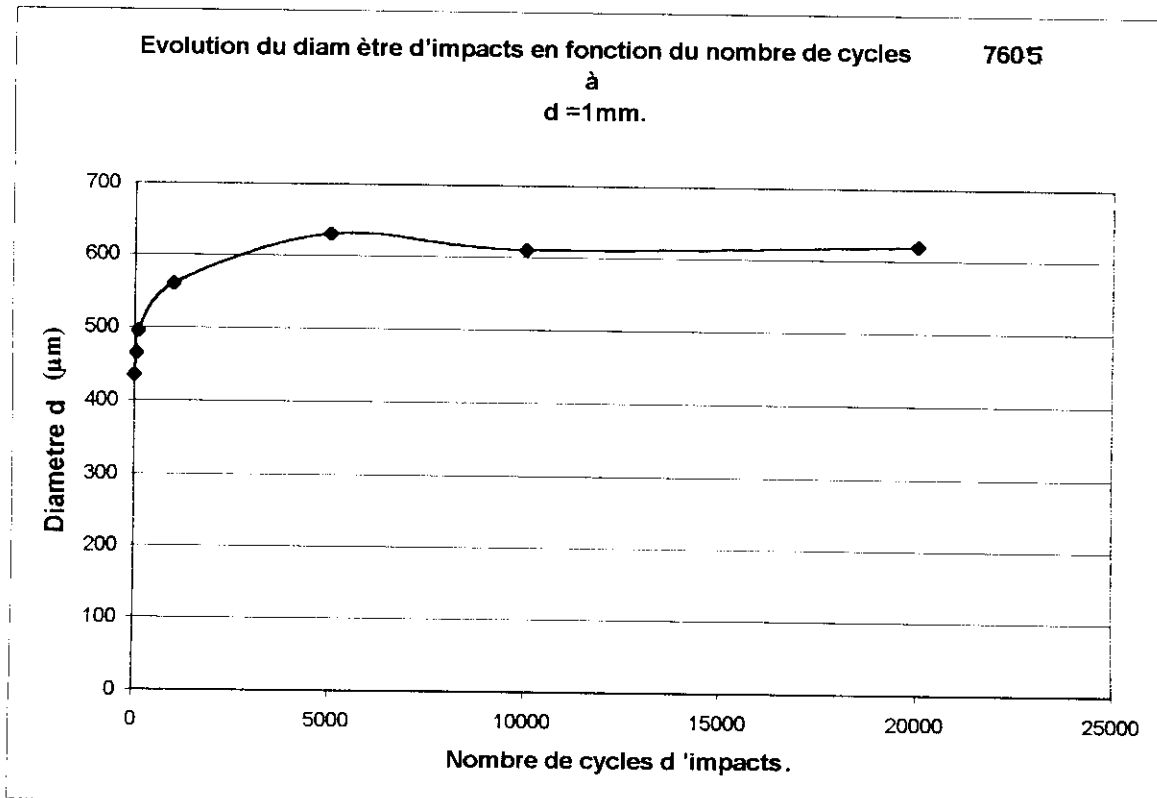
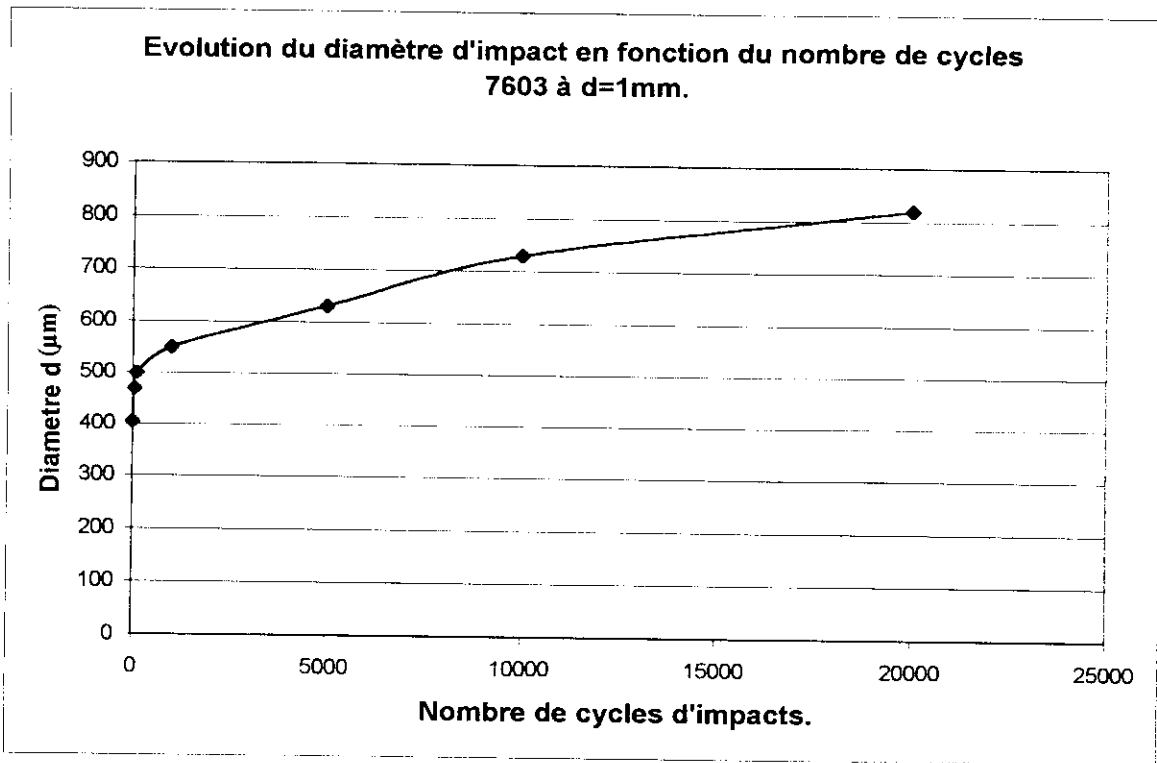
On réalise les essais en augmentant progressivement le nombre d'impacts pour une force prise constante (186N). Les nombres d'impacts sélectionnés sont 10, 50, 100, 1000, 5000, 10000 et 20000.

IV-6-2 : Evolution du diamètre :

Pour trouver le diamètre on observe les impacts au microduromètre et on relève les valeurs prises par l'instrument de mesure qui correspond au diamètre.

On remarque que jusqu'à 1000 cycles d'impacts, le diamètre augmente très considérablement. Ensuite pour des cycles d'impacts supérieurs, l'augmentation du diamètre est presque négligeable pour l'état de superfinition tandis que pour le brut de rectification, ce diamètre augmente légèrement.

Cette observation nous montre bien que l'évolution de l'enfoncement sur un acier brut de rectification est différente de celui d'un acier de superfinition.



IV-7 : Microscopie optique :**IV-7-1 : Expérience :**

Ces expériences ont été réalisées avec un diamètre de bille de 2 mm.
L'échantillon utilisé est :

- 4601 (brute de rectification).

On réalise les essais en augmentant progressivement le nombre d'impacts pour une force prise constante (186N). Les nombres d'impacts sélectionnés sont 10000, 20000 et 50000.

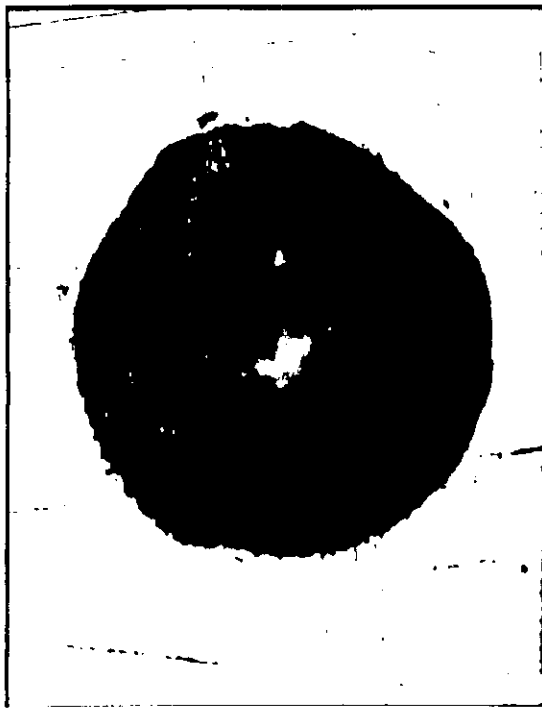
Pour un diamètre de bille de 2 mm, on travaille en nombre d'impacts plus élevé car plus le diamètre de bille est grand, plus les contraintes sont réparties et plus la force d'impact diminue.

IV-7-2 : Observation microscopie optique :

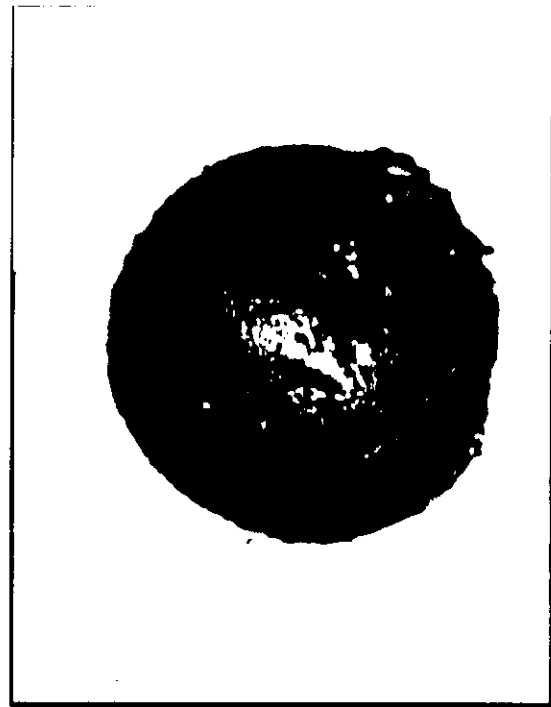
Nous avons effectué les mêmes essais que précédemment mais avec une pointe de diamètre de 2 mm.

Ce choix est fait dans le but de vérifier l'apparition des transformations tribologiques TTS.

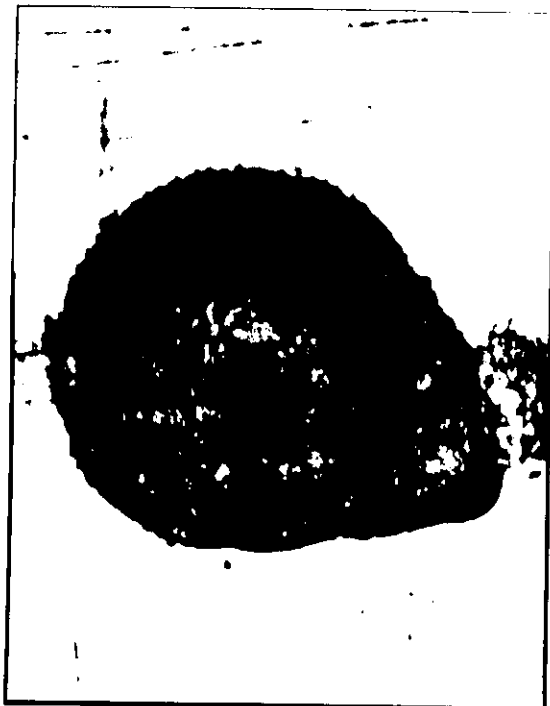
On peut remarquer que le brut de rectification à 10000 impacts à une empreinte moins bien formée, cela doit être dû à des stries plus importantes sur la surface. Ensuite les deux états de surface pour des impacts de 20000 et 50000 sont similaires.



50000 impacts



20000 impacts



10000 impacts

Figure-3 :Acier nitruré brut de rectification (vue de dessus des empreintes lorsque le nombre d'impacts augmente)

IV-8 : Dureté en fonction de la profondeur dans l'empreinte et à côté :**IV-8-1 : Expérience :**

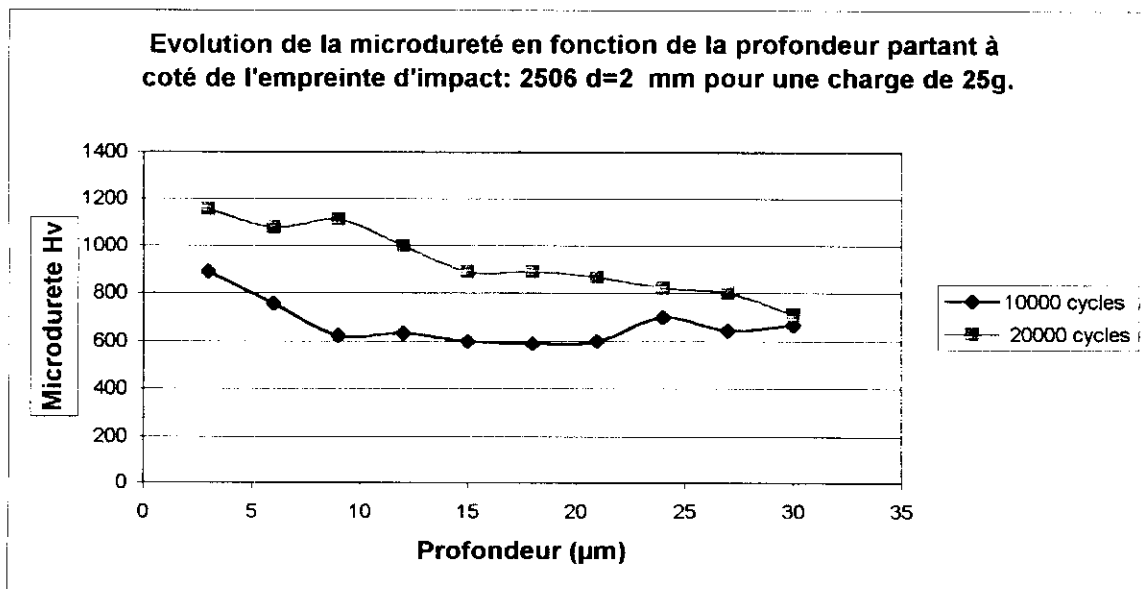
ces expériences ont été réalisées avec un diamètre de bille de 2 mm
Les échantillons utilisés sont :

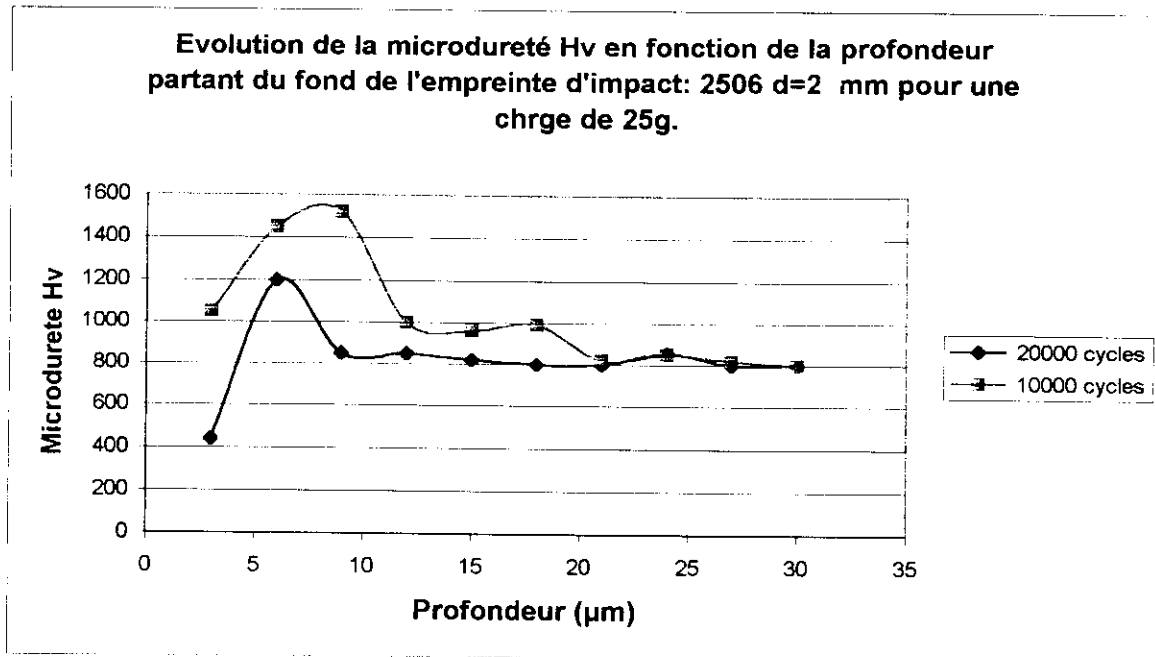
- 2502 (brute de rectification).
- 2506 (superfinition).

On réalise sur ces deux aciers des cycles d'impacts de 10000 et 20000. Puis on effectue une coupe transversale afin de pouvoir analyser les aciers étudiés suivant la profondeur de la zone nitrurée.

Partant du fond de l'empreinte d'impact, nous avons tracé le profil de dureté de la TTS.

Nous avons aussi effectué ce profil en partant à côté de l'empreinte afin de pouvoir comparer les deux allures de courbes.





IV-8-2 : Profil de dureté :

On réalise la micro dureté Vickers avec une charge de 25g.

La courbe de l'acier 2506 montre que la dureté augmente considérablement en sous couche pour des profondeurs comprises entre 3 et 9 μ m.

En revanche, une augmentation du nombre de cycles d'impacts, entraîne une diminution de la dureté, ceci est dû à la disparition de la TTS (structure dure et fragile).

Par contre les observations effectuées avec l'acier 2502 ne sont pas analysables. C'est pour cela que les courbes ne figurent pas dans notre travail.

IV-9- Observation au microscope Electronique à balayage (MEB) :**IV-9-1- Expérience :**

ces expériences ont été réalisées avec un diamètre de bille de 400 μ m.

les échantillons utilisés sont :

- 7603 (brut de rectification).
- 7605 (superfinition).

On réalise les essais en augmentant progressivement le nombre d'impacts pour une force prise constante (186N). Le nombre d'impacts sélectionnés est 20000 cycles.

Ensuite on effectue des observation au MEB.

IV-9-2- Observation MEB :

Les échantillons ont été observés sur la surface en fond d'impact, pour un nombre d'impact de 20000 cycles, à des grossissements de $\times 100$ et $\times 700$.

Ainsi nous avons pu comparer la formation d'écailles sur nos deux états de surface.

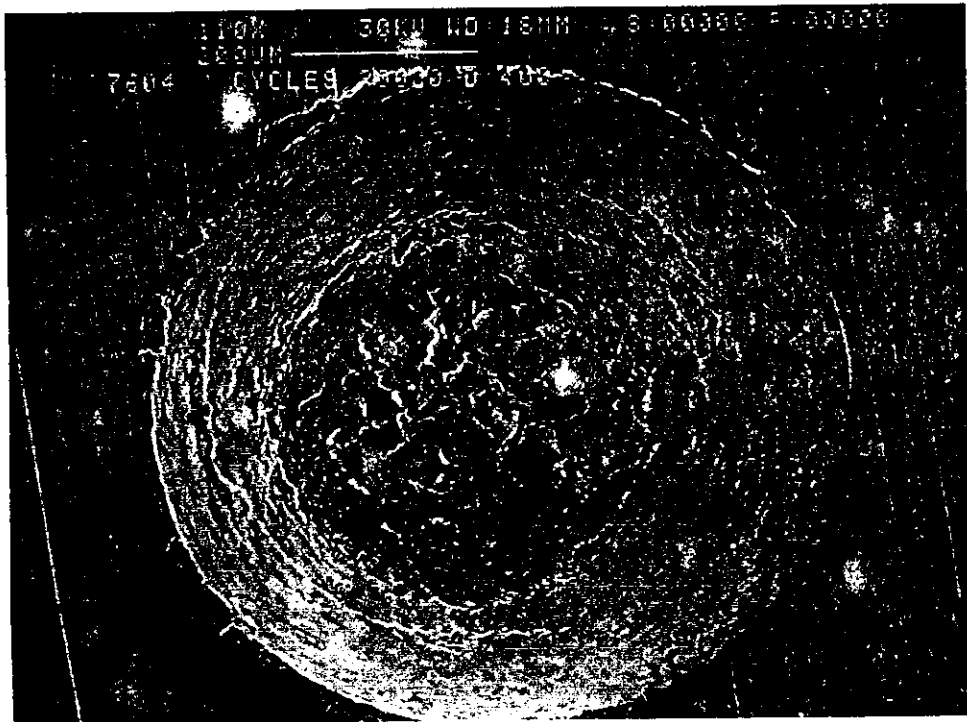
Les observations montrent que pour une pointe de diamètre plus faible, des microécailles apparaissent plus rapidement. On remarque aussi qu'il n'y a pas de grande différence entre la déformation du brut de rectification et la superfinition.

Surface en fond d'impact :

7603 à 20000 cycles faible grossissement (× 100)

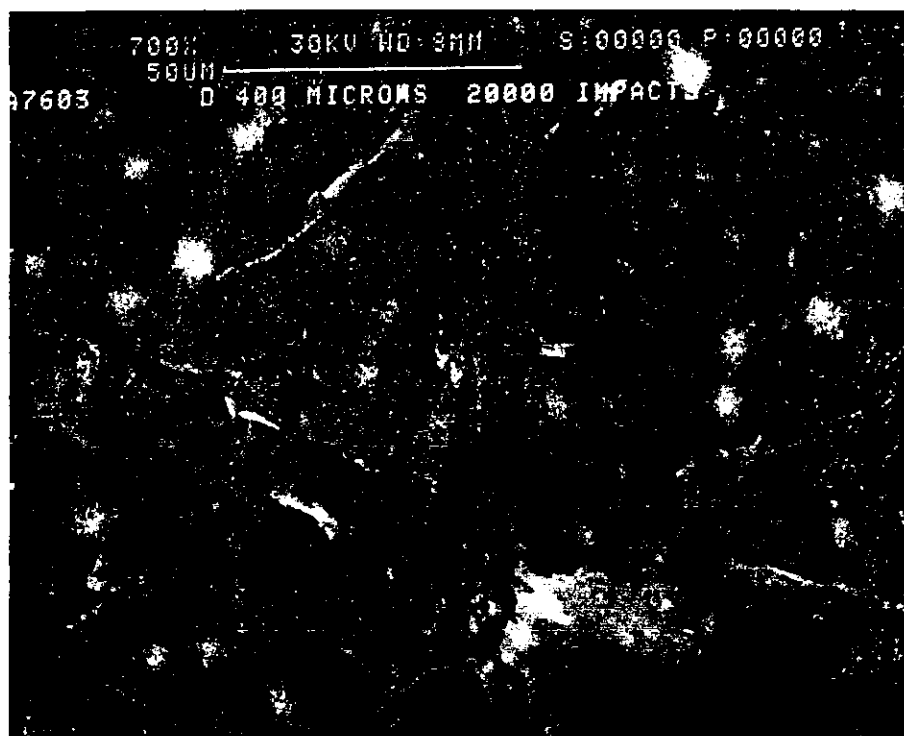


7605 à 20000 cycles faible grossissement (× 100)



Surface en fond d'impact :

7603 à 20000 cycles fort grossissement (× 700)

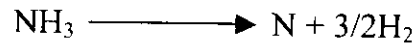


7605 à 20000 cycles fort grossissement (× 700)



Les phases γ et ε ont une teneur en azote différente, on peut donc concevoir qu'un contrôle précis du potentiel azote ou de l'activité de l'azote de l'atmosphère permette de maîtriser la nature des phases formées.

Le potentiel azote est défini selon la loi d'action de masse de la réaction de dissociation de l'ammoniac[2] :



$$K_N = \frac{P_{\text{NH}_3}}{(P_{\text{H}_2})^{3/2}}, \text{ atm}^{-1/2}$$

On a deux échantillons de l'acier 32CrMoV13 nitruré à une température $T=843\text{K}$ pour un temps $t=25\text{h}$ et deux potentiels nitrurants, $K_N=0.55 \text{ atm}^{-1/2}$ et $K_N= 5.20\text{atm}^{-1/2}$.

IV-10-1 : Observation métallographique

Un examen par microscopie optique d'une section droite de l'acier 32CrMoV13 a été effectué après polissage jusqu'à la pâte diamantée ($3 \mu\text{m}$), pour mettre en évidence la constitution microstructurale de la couche nitrurée (figures 4 et 5).

A partir de la surface en allant vers le cœur de l'acier traité, nous pouvons distinguer ce qui suit :

Zone 1. La couche de combinaison dite couche banche due à son aspect après attaque au Nital.

Zone 2. La couche de diffusion, siège de la précipitation des nitrures métalliques, caractérisée par la formation d'un réseau dense constitué de ces derniers.

Zone 3. Nous retrouvons en dernier lieu la matrice ferritique, qui est non affectée par le traitement de nitruration, contenant une microstructure de trempe-revenu formée de carbures et ferrite.

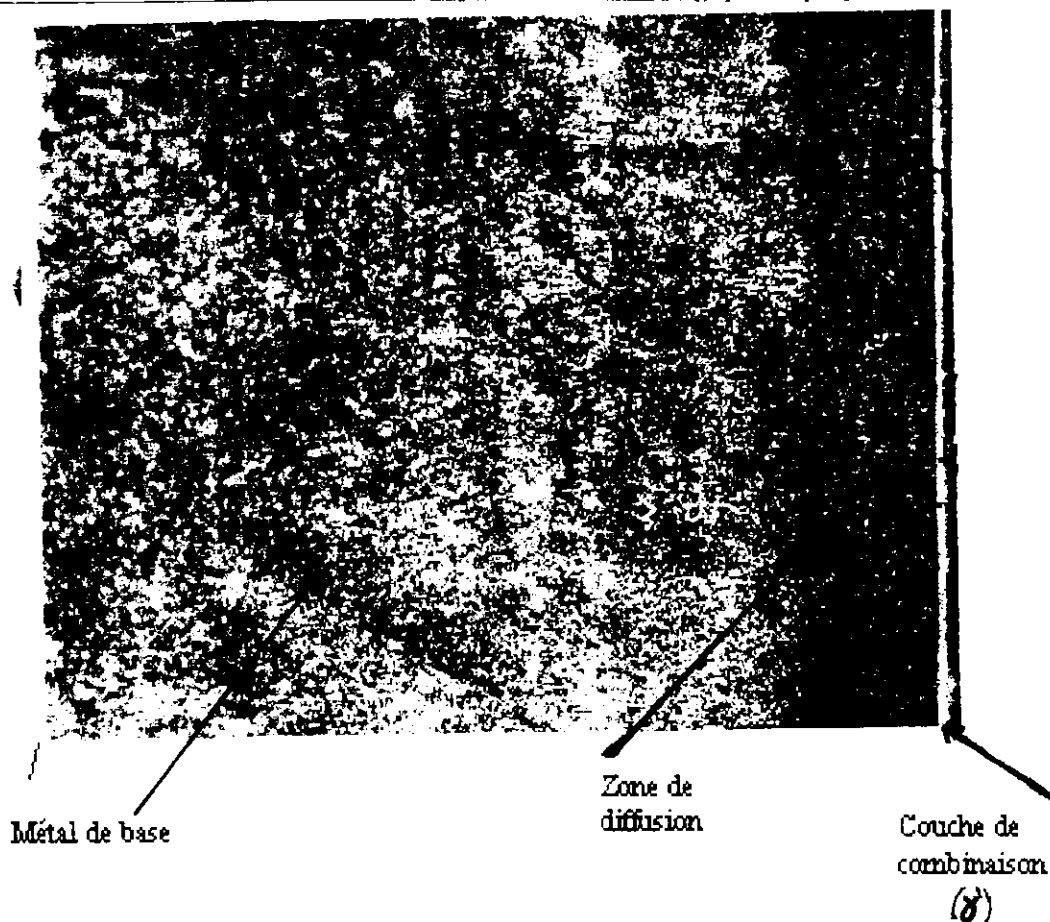
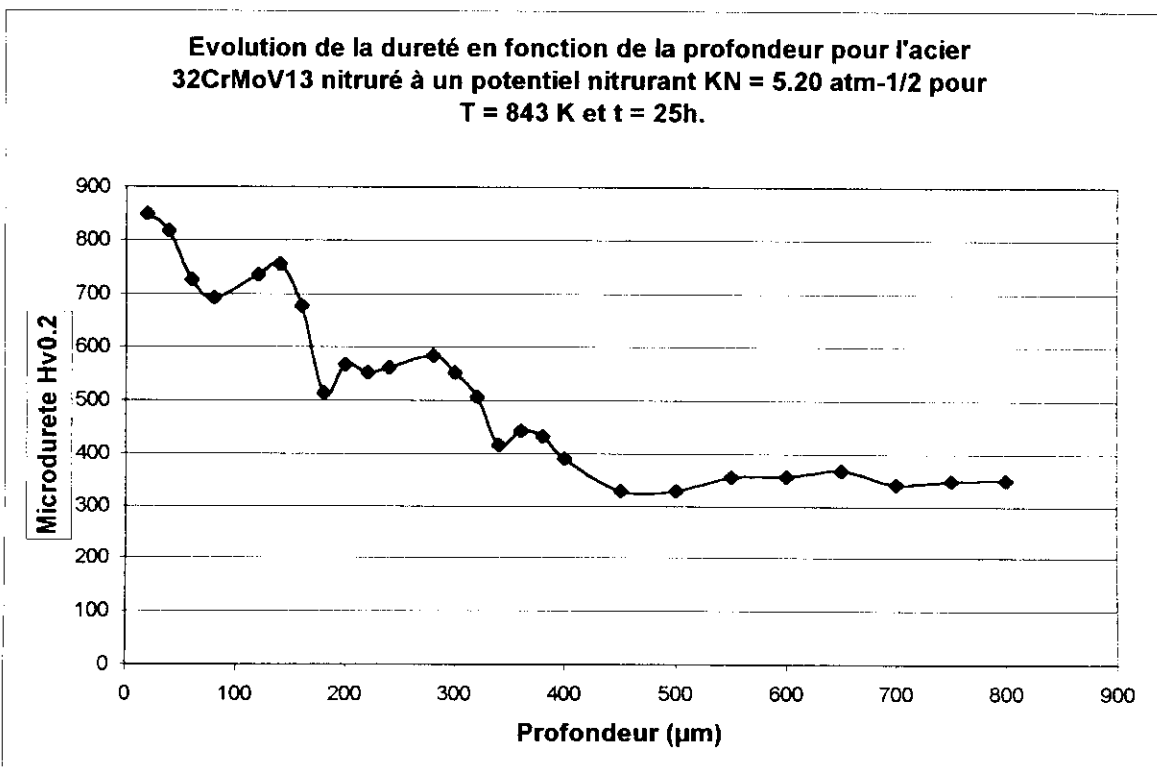
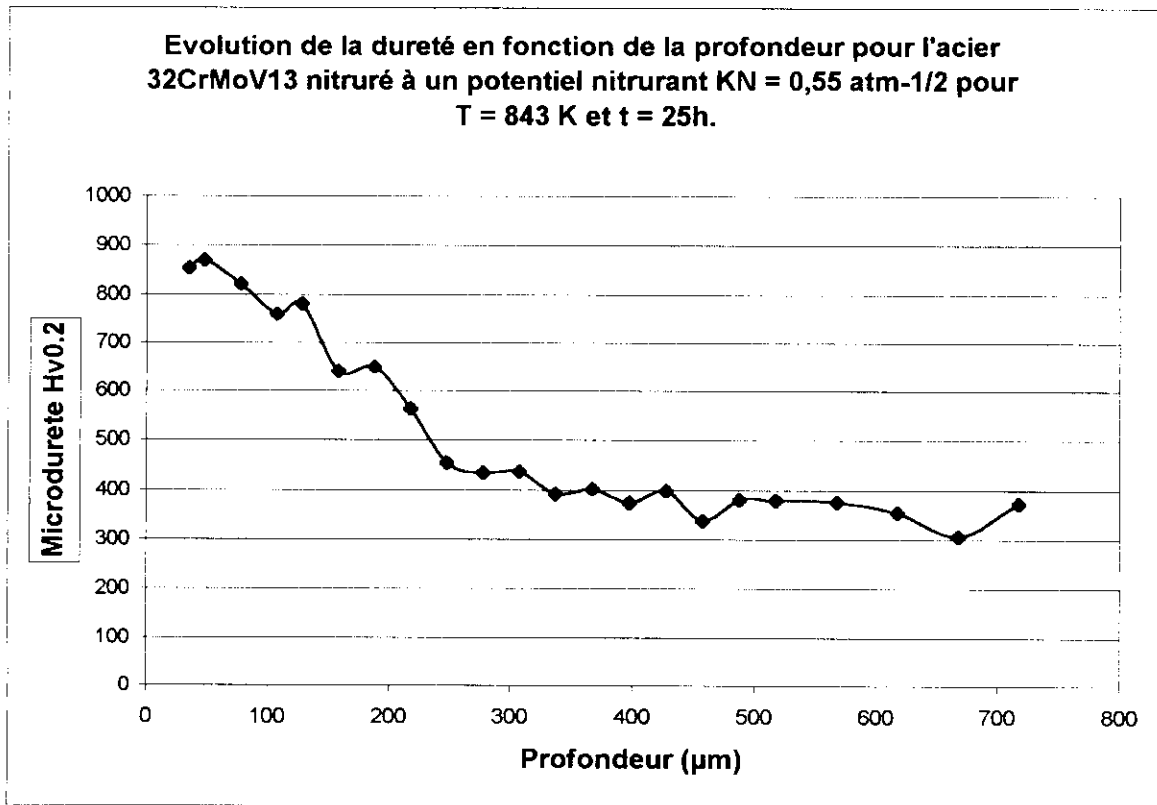


Figure-4 : Micrographie optique de l'acier 32CrMoV13 nitruré à un potentiel nitrurant $K_N=0.55 \text{ atm}^{-1/2}$ pour $T=843 \text{ K}$, $t=25 \text{ h}$.x 1000



Figure-5 : Micrographie optique de l'acier 32CrMoV13 nitruré à un potentiel nitrurant $K_N=5.20 \text{ atm}^{-1/2}$ pour $T=843 \text{ K}$, $t=25 \text{ h}$.

IV-10-2 : Profils des microdureté :



IV-10-3 Analyse des profils de microdureté :

Les deux courbes précédentes représentent l'évolution des profils de microdureté, en fonction de la profondeur, pour deux potentiels nitrurant 0.55 et 5.20 atm^{-1/2}, respectivement. Le premier potentiel permet de donner naissance à la phase nitrure ϵ tandis que pour 0.55 atm^{-1/2} nous n'avons que l'apparition de la phase γ' dans la couche de combinaison.

Les allures de ces deux profils de microdureté sont similaires, dans lesquelles, nous remarquons l'existence de trois zones distinctes qui sont :

- Zone du cœur de la pièce, non affecté par le traitement de nitruration, ayant une valeur de microdureté égale à celle du matériau de base après un traitement de trempe-revenu.
- Une zone intermédiaire dont la valeur de microdureté évolue rapidement et augmente en s'approchant de la surface de la pièce.
- Zone superficielle où la valeur de la microdureté atteint son maximum.

Le durcissement de la zone de diffusion est plus important au voisinage de l'interface (couche de combinaison / couche de diffusion pour un temps de traitement de 25 heures, mesurée à partir de la surface, à cette interface, les concentrations en azote et en carbone atteignent leurs limites de solubilité dans la phase Fe- α . Dans la couche de diffusion, le pourcentage d'azote est faible, il n'est plus possible d'obtenir une couche continue de nitrures, il y a précipitation de nitrures "in situ". Cette précipitation est fonction des enthalpies de formation des nitrures formés à la température de nitruration. Ce durcissement structural est essentiellement provoqué par la présence des nitrure de chrome de type CrN qui précipitent d'une façon cohérente avec la matrice [24]. Les éléments tels que le molybdène et le vanadium interviennent dans ce phénomène de durcissement mais d'une manière moins prononcée que le chrome, ce fait est lié à la stabilité thermodynamique du nitrure CrN par rapport aux nitrures métalliques Mo₂N et V₂N à la température de traitement.

Interprétation :

L'acier 32CrMoV13 étudié présente de bonnes propriétés tribologiques et une bonne teneur à la corrosion.[24] Néanmoins, le phénomène de pitting observé au cours d'une sollicitation cyclique de la zone de diffusion de même acier limite la résistance à la corrosion, suite à la création de microfissures qui se propagent et rendent l'acier moins résistant mécaniquement.

Le phénomène de pitting se développe à la suite de l'application des forces d'impacts cycliques qui provoquent une plastification de la zone sollicitée et par conséquent création de défauts de structure tels que les dislocations qui fragilisent cette zone qui devient écrouie.

La conséquence directe de cette transformation tribologique superficielle (TTS) est la dissolution probable des nitrures CrN, qui provoquerait un ramollissement de la couche de diffusion c'est à dire une mise en solution solide de ces nitrures dans le fer α .

La TTS se caractérise donc par :

- Développement d'une zone plastifiée très écrouie.
- Augmentation du niveau de dureté de celle-ci.

D'après Zhang et al[25], l'énergie de formation seuil requise pour faire apparaître la TTS est située entre 7 et 30 mJ.

En conclusion ce type d'endommagement par contact de surface permet d'abaisser les caractéristiques de résistance mécanique et d'influer négativement sur la qualité des couches nitrurées dans le cas des pièces utilisées dans la pignonnerie.

Conclusion générale :

Ce travail a tenté d'approcher par une méthode très simple de sollicitations mécaniques un phénomène très complexe qui est le pitting dans le cas des aciers nitrurés soumis à de fortes sollicitations.

Nous pensons que le matériau sollicité par impact, est soumis à des fluctuations mécaniques, ce qui plastifie la matrice ferritique à cause de l'éventuelle dissolution des nitrures précipités.

Ce constat s'explique par le fait que :

- Le matériau devient mou.
- La résistance de matériau diminue avec la dissolution des nitrures.
- Le durcissement relatif au traitement subi est amoindri.

Nous donnons cette explication qui nous paraît plausible en attendant de confirmer nos propos par d'autres essais notamment par rapport à la nitruration conventionnelle et très profonde.

Les perspectives à dégager lors de ce modeste travail sont :

- Utilisation du microscope électronique à transmission pour l'étude de la zone plastifiée par visualisation des dislocations et la taille des grains.
- Confirmation et suivi de l'évolution microstructurale résultante de la dissolution hypothétique des nitrures CrN.
- Détermination de la proportion des nitrures dissous.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques :

- [1] :D.BOUKROUNE: étude du comportement en frottement-usure des traitements de surface, réalisés par chromage dur et nitruration liquide. Thèse de magister. 1998.
- [2] :Technique d'ingénieur, Traité Matériaux métalliques, M1227.
- [3] :H. LAPLANCHE. Les fontes et leur traitement thermique.
- [4] :J.BARRALIS Aspects métallurgiques de la nitruration communication privée, 1989..
- [5] :M. Hansen, K. Anderko : Constitution Binary Alloy, McGraw-Hill 1958
- [6] :M.CONFENTE, Etude physico-chimique et structurale de la nitruration par bombardement ionique à haute intensité d'acier au carbone et d'acier allié, Thèse de Doctorat, Université de Nancy I, 1976.
- [7] :C.LEROUX, les procédés de nitruration appliqués aux outillages de forge à chaud traitement thermiques.
- [8] :B.J.THOMAS, Mécanismes de précipitation des carbonitride dans les aciers de construction peu alliés. pp. 573 - 601. 16^{ème} Colloque de Métallurgie, 1973
- [9] :M .KEDDAM, Caractérisation et modélisation thermodynamique dans le cas de la nitruration des aciers type 35CD4 et 30CD12 . Thèse de magister. ENP d'Alger, 1995.
- [10] :L.BARRALIER, Genèse des contraintes de nitruration, modélisation et expérimentation. Thèse de doctorat, ENSAM, 1982.
- [11] :L.TORCHANE : Mise au point d'un modèle cinétique de croissance des couches de nitrures et des carbonitride de fer lors d'un traitement de nitruration en phase gazeuse au moyen des mélanges $NH_3 - N_2 - H_2$; $NH_3 - Ar$ et $NH_3 - Ar - C_3 H_8$, Thèse de Doctorat, Nancy, 1994 .
- [12] :P.F.COLIN, E.J.MITTEMEIJER et H.C.F. ROZENDAL.
Light-Microspical Analysis of nitrided or nitrocarburized iron and steels.
Laboratory of metallurgy, Delft University of technology, The Netherlands, 1983.
- [13]: A.C.SEKKAL, Etude des transformations Tribologiques de surfaces ou "TTS" Induites par impacts a énergie controlée.
Thèse, Ecole Centrale de Layon, Décembre, 2000.
- [14] :Y.GACHON.
Etude de l'érosion par des particules solides de revêtements multicouches obtenus par procédé PVD sur substrat métallique (base Titane), Thèse, Ecole centrale de Layon, 1997.
- [15]:K.L. JOHNSON. Contact Mechanics. Cambridge University Press, 1985.
- [16]:« Aspects des dentures après fonctionnement ». guide CETIM, 1985
- [17]:D.P. TOWNSEND E.N.BAMBERGER. « Surface fatigue life of carburized and hardened M50NiL and AISi 9310 SPUR Geras and ROLLING contact test bars ». 25 th joint propulsion conférence, Mont rey, CA, USA, 1989.
- [18]:R.C. GRAHAM, A ; OLVER, B.P.MACPHERSON. "an Investigation Into the Mechanisms of pitting in high hardness carbonised steels" centry 2 International powertransmissions and gearing Conference, San Fransisco, 1980.

- [19]:L.CHANG. « deterministic modeling and numerical simulation of lubrication between rough surfaces, a review of recent developpements » *Wear*, Vol.184,pp155-160,1995.
- [20]:H.A.SPIKES,A.V.OLVER , P.B.MACPHERSON. « wear in rolling contacts ». *wear of Materials*, Vol.112, pp124-144,1986.
- [21]C.MAYEUR,P.SAISNOT,L.FLAMAND. « modélisation du contact rugueux élastoplastique ». *Revue française de mécanique*, 1994.
- [22]C.MAYEUR,P.SAINSOT,L.FLAMAND. "A numerical elastoplastic model for rough contact" *journ. Of tribology*, (117), 1995.
- [23] :D.BERTHE ,L.FLAMAND,D.FOUCHER,M.GODET. «micropitting in hertzian contacts ». *Journal of Lubrication Technology*, Vol.102, 1980.
- [24] :J.N. Locquet, Thèse de doctorat ENSAM, Aix-En-Provence,(1998) .
- [25] :B.Zhang, W.Shen, Y.Liu, R.Zhang. *Wear*, vol 214, P259, 1998.