

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ

تَشْتَبِهُ وَمَنَافِعُ لِلنَّاسِ

مَدَقُّ اللَّهِ الْعَظِيمِ

Dedicace

Au sacrifice de ma mere.

A mon frere et toute ma famille

A mes amis qui m'ont aide afin
d'accomplir mon travail.

A ceux que j'aime.

Je dedie ce Memoire.

HIMEUR YUCEF.

INTRODUCTION

Notre étude fait suite à de nombreux travaux menés par plusieurs chercheurs portant sur la plasticité de transformation dans les fontes GS⁽¹⁾, notre objectif est d'étudier le phénomène de diffusion entre deux alliages ferreux (fonte et acier) de composition chimique différente et la cause de l'existence d'une bande ferritique à l'interface du côté de la fonte, pour certaines conditions opératoires.

Dans ce mémoire, nous allons dans un premier chapitre donner quelques notions sur la diffusion, et traiter l'importance des différents paramètres opératoires (température, durée, environnement, état de surface et contrainte appliquée).

Nous caractériserons dans le chapitre suivant les matériaux étudiés, les moyens expérimentaux employés et préciser le choix du procédé d'assemblage.

Dans le dernier chapitre les différents résultats seront présentés et interprétés.

CHAPITRE I
Partie Theorique.

I. / NOTIONS DE BASE DE LA DIFFUSION:

I-1 / DEFINITION DE LA DIFFUSION :

Les phénomènes de diffusion à l'état solide correspondent à des sauts effectués par les atomes dans les défauts du cristal, sous l'effet de l'agitation thermique.^(2,3)

Alors que les vitesses de migration des atomes dans les gaz ou dans les liquides sont pratiquement visibles à l'échelle macroscopique, il est rare sur un métal de voir, à la température ambiante, l'évolution des ses propriétés par suite d'un phénomène de diffusion.⁽²⁾

Ce n'est qu'à haute température, entre $T_f/2$ et T_f (T_f étant la température de fusion), que le transport des atomes prend réellement de l'importance à grande distance dans le réseau cristallin.⁽²⁾

I.2 / IMPORTANCE DE LA DIFFUSION DANS LES PROCESSUS

METALLURGIQUES:

La diffusion joue un rôle fondamental dans de nombreux processus métallurgiques. Elle est la base même des phénomènes macroscopiques observés au terme d'un traitement thermique et, d'une façon générale, elle contrôle l'évolution d'un matériau dès qu'interviennent le temps et la température.^(2,4)

Ce phénomène a des applications et des conséquences très importantes:

- Tous les changements de phase (à l'exception de la transformation martensitique).

- Les processus d'homogénéisation, de traitement superficiel (cémentation), de frittage et dans les déformations à chaud (les propriétés à chaud sont sensibles à la diffusion des atomes de la solution, la formation des cavités qui conduisent à la rupture à chaud en dépend également).

La diffusion a été déjà observée sur des cas simples pour comprendre les mécanismes au niveau du réseau cristallin et pour déterminer les paramètres physiques (coefficients de diffusion, énergies d'activation, facteurs de fréquence⁽⁴⁾).

I.3 / THEORIE DE LA DIFFUSION:

Une connaissance des procédés où intervient la diffusion nécessite une connaissance de la diffusion sur tous ses aspects.

I. 3-1 / LOIS DE FICK:

Les bases théoriques de diffusion ont été établies par Fick.

1ere loi : Par analogie avec la loi d'Ohm (électricité), ou de Fourier (transfert de chaleur), Fick admet que le flux de matière J_x traversant une section droite, suivant une direction X est proportionnel au gradient de concentration suivant cette direction.⁽⁵⁾

On écrit donc :

$$J_x = - D \frac{dc}{dx}$$

Avec D constante, coefficient de diffusion. Le flux se produit en sens inverse du gradient.

$[c]$: atome / cm^3

$[D]$: cm^2 / s

La 1ere loi de Fick n'est valable que lorsque le gradient de concentration est permanent. Ce qui n'est pas le cas de la diffusion dans les solides.

2eme loi: Elle s'exprime non plus en régime permanent mais en régime transitoire où le gradient de concentration varie avec le temps et la distance x . Pour résoudre la 2eme loi de Fick il faut appliquer la loi de conservation de matière.⁽⁵⁾

Soit un cylindre de section unité, parallèle à l'axe des x , de hauteur dx . Durant le temps dt , sa concentration s'accroît de dc , puisqu'il y entre une quantité de matière Jdt et qu'il en sort

$$(J + dJ) dt = (J + \frac{\delta J}{\delta X} dx) dt$$

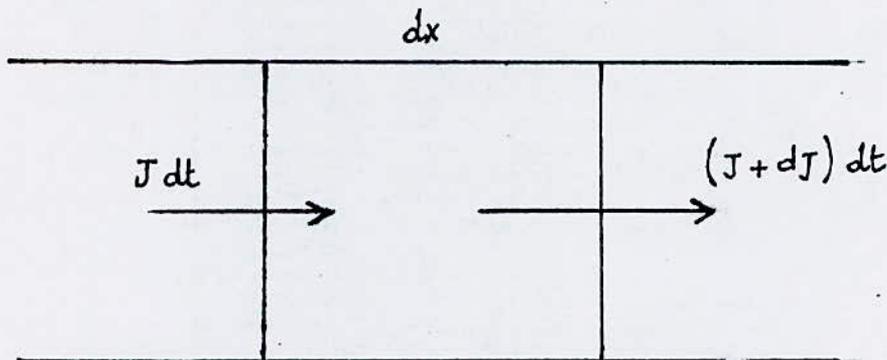


Figure 1: flux conservatif

D'après la figure 1, on a

$$dc = J dt - \left(J + \frac{\delta J}{\delta X} dx \right) dt$$

En remplaçant J par sa valeur tirée de la première loi de Fick, il vient :

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

1.3.2 / LOI D'ARRHENIUS:

Pour que les atomes puissent échanger leur position dans leurs réseaux, il leur faut vaincre une barrière d'énergie potentielle.⁽³⁾ La hauteur de cette barrière est caractérisée par l'enthalpie d'activation Δ_{HD} , et le nombre de sauts par seconde est décrit par l'équation d'Arrhénius

$$D = D_0 \exp \left(- \frac{\Delta_{HD}}{RT} \right)$$

D_0 : Constante reliée à la fréquence de saut

R : Constante des gaz parfaits, elle est égale à $8.314 \text{ mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

T : Température en degré kelvin ($^{\circ}\text{K}$)

Δ_{HD} : Enthalpie d'acluration molaire en joule.mole⁻¹

D'après cette loi on remarque que le coefficient de diffusion croît avec la température

Cette loi est vérifiée si un seul mécanisme de diffusion est opérant. Si par contre plusieurs mécanismes interviennent, la loi d'Arrhénius n'est plus vérifiée.

De l'équation d'Arrhénius, On déduit l'existence d'une relation linéaire entre $\ln D$ et $1/T$

$$\ln D = \frac{Q}{RT} + \ln D_0$$

Les valeurs de Q et D_0 se déduisent de la pente de la droite et de son ordonnée à l'origine obtenue par extrapolation.

I.4 / PRINCIPAUX MODES DE DIFFUSION :

I.4.1 / DIFFUSION EN SURFACE :

Il ne peut exister de mouvement atomique que dans les zones les plus libres du cristal, c'est à dire où les atomes sont moins liés, et la relation d'Arrhénius s'écrit⁽²⁾ :

$$D_s = D_{0s} \exp \left(- \frac{\Delta H_s}{RT} \right)$$

I.4.2 / DIFFUSION INTERGRANNULAIRE:

Il s'agit de la diffusion dans les zones les plus perturbées du polycristal, c'est à dire les joints de grains. Les atomes migrent alors préférentiellement en échangeant leurs positions avec les défauts du joint de grain.⁽²⁾

$$D_j = D_{j0} \exp \left(- \frac{\Delta H_j}{RT} \right)$$

1.4.3 / DIFFUSION EN VOLUME:

La diffusion dans le volume des grains prend de plus en plus d'importance par croissance exponentielle du nombre de défauts. ⁽²⁾

C'est le véritable phénomène qui correspond généralement au traitements d'homogénéisation.

$$D_v = D_{v0} \exp \left(- \frac{\Delta H_v}{RT} \right)$$

Ces trois domaines ne sont évidemment pas séparés les uns des autres. A des températures intermédiaires, ils peuvent coexister simultanément, ce qui est une source de difficultés pratiques pour déterminer les coefficients de diffusion intrinsèques D_s, D_j, D_v .

1.4.4 . DIFFUSION POLYPHASEE

L'allure des courbes concentration - pénétration caractérisant une diffusion polyphasée peut être prévue, dans une certaine mesure à partir du diagramme d'équilibre. Elles présentent une discontinuité à chaque limite de phase.

Considérons le diagramme d'équilibre AB (figure 2) les solutions solides α et β .

Durant la diffusion à la température T_0 , l'élément A va s'enrichir en élément B jusqu'à ce que la concentration en B atteigne la valeur c_1 .

En raison de la règle des phases, la diffusion ne pourra se poursuivre que dans un domaine monophasé. La concentration varie donc brusquement de c_1 à c_2 , ce qui entraîne l'apparition de la phase β , l'existence de ces discontinuités rend difficile la détermination expérimentale des courbes $C(x)$ et explique l'existence de solutions approchées utilisées pour déterminer les coefficients de diffusion.^(5,6)

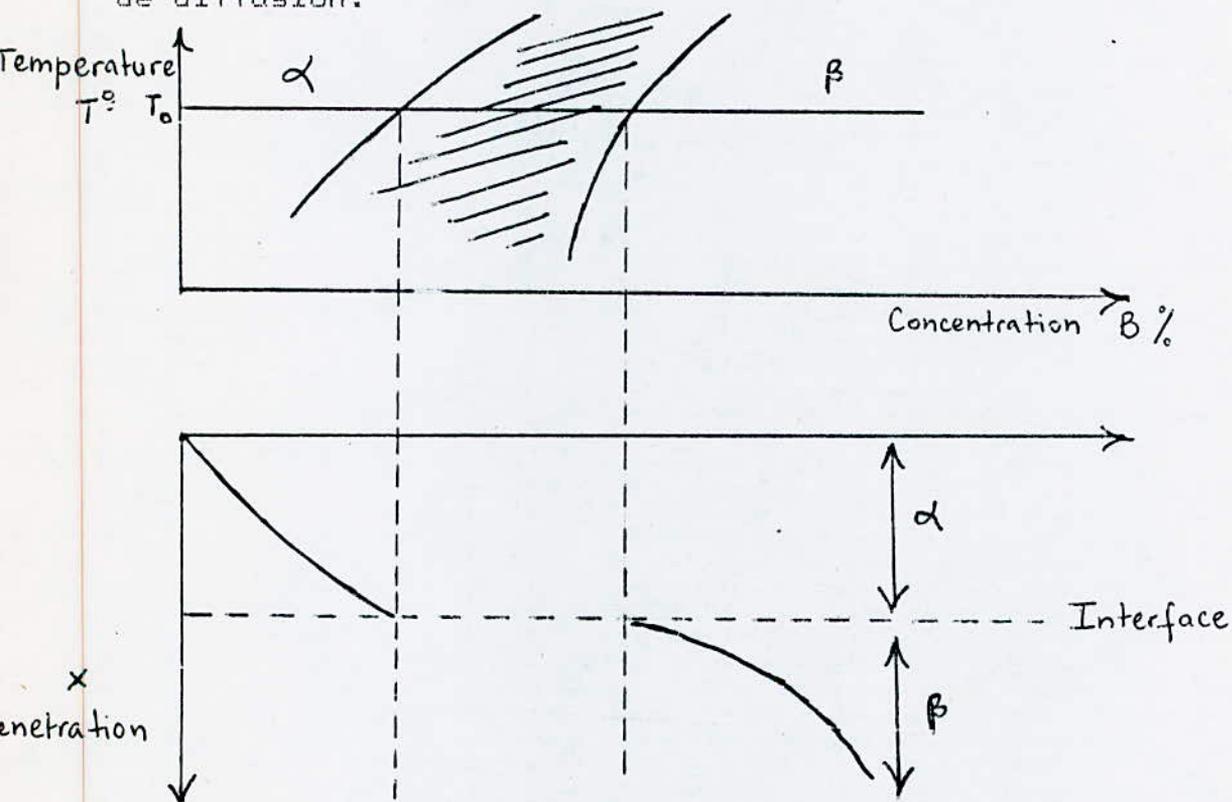


Figure (2) : Ce schéma montre que les concentrations mesurées à l'aplomb des discontinuités des courbes $C(x)$ correspondent à l'intersection du diagramme d'équilibre pour l'isotherme T_0 qui est celle du traitement de diffusion.

1. 5 / TYPES DE DIFFUSION:

Selon la théorie de la diffusion, on peut classer cette dernière en trois types.

I. 5.1 / HETERODIFFUSION:

C'est la diffusion d'un élément A dans B ou de A dans l'alliage AB avec une faible concentration de A (figure 3).

si la concentration de A est infiniment petite. Dans ce cas, lors de la diffusion, il y a une faible probabilité pour que l'atome A rencontre un autre atome A, on parle d'heterodiffusion à dilution infinie, car il n'y a pas d'interaction entre les atomes qui diffusent.^(2,4)

Dans le cas où la concentration de A est petite, mais n'est pas infinie, on parle d'heterodiffusion diluée, car il y a possibilité d'interaction entre les atomes qui diffusent.

I. 5.2 / AUTODIFFUSION:

Dans un métal chimiquement pur, les atomes se déplacent sous l'influence de l'agitation thermique.^(2,4) C'est la diffusion de A dans son propre réseau (voir figure 3)

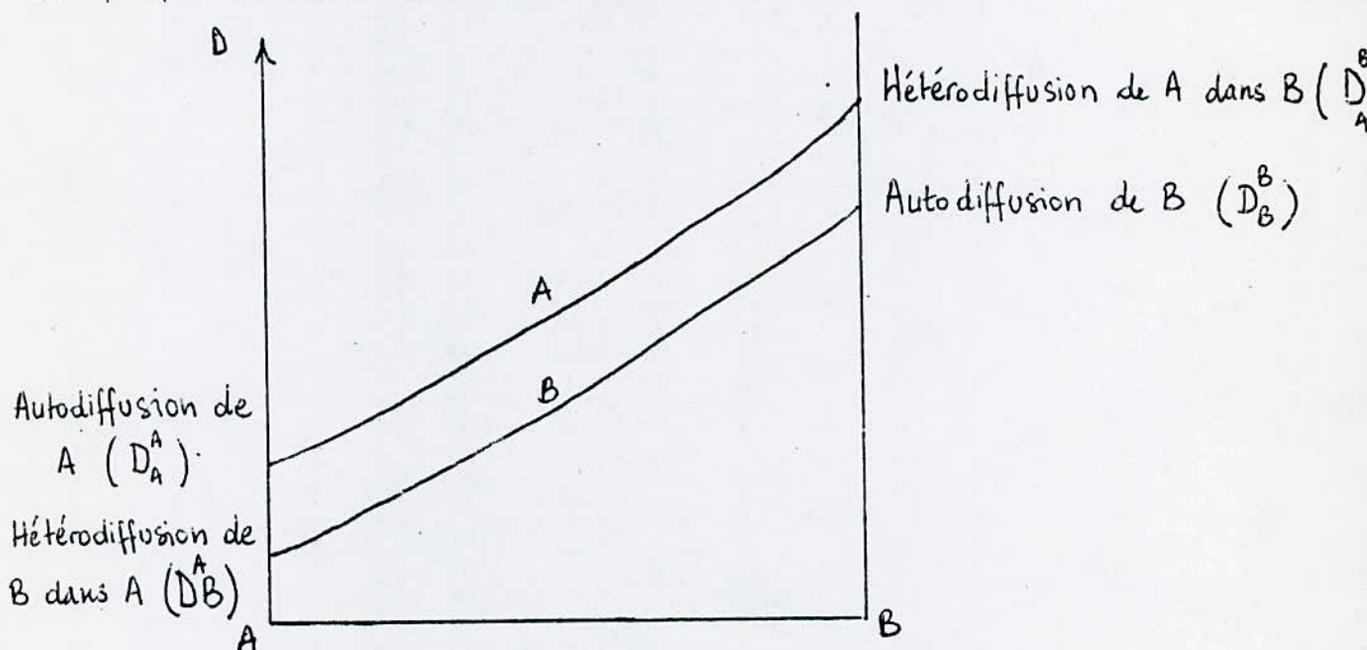


Figure 3 : diffusion de A et B dans les alliages AB.

I.5.3 / INTERDIFFUSION (DIFFUSION CHIMIQUE):

Considérons maintenant le cas d'une matrice A à laquelle on ajoute par diffusion des concentrations de plus en plus élevées d'un autre élément B. Cela est réalisé très simplement par chauffage après placage sous pression de deux échantillons initialement purs de type A et B que l'on appelle un couple de diffusion, ce que nous symboliserons par A/B.

Au cours du temps et en fonction de la température, il y aura interpénétration des deux éléments A et B dans la zone de jonction, de part et d'autre de l'interface initiale $x = 0$, donc formation de solution solide B dans A et A dans B étalées en concentration suivant l'axe normal comme l'indique la figure 4.

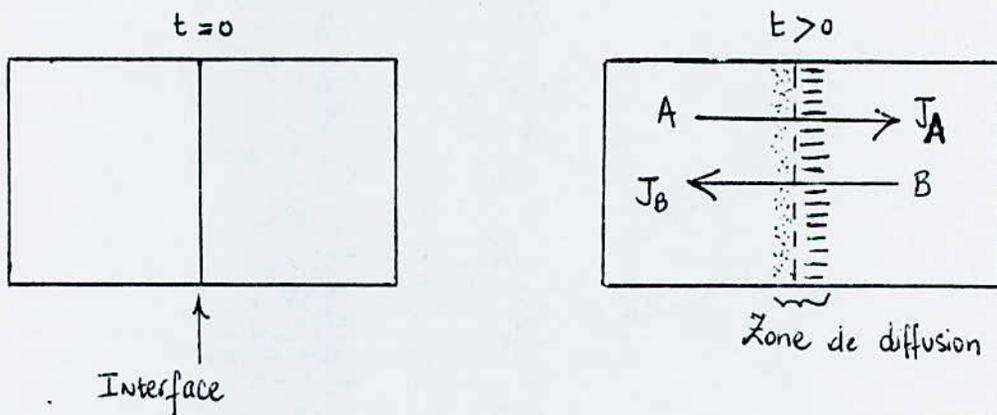


Figure 4 : Couple de diffusion formé par deux métaux purs A et B avant la diffusion ($t=0$) et pendant ($t>0$)

I.5.4 / INTERACTION DES ELEMENTS CHIMIQUES:

Il est intéressant de voir comment l'expérience peut mettre en évidence les interactions chimiques entre le carbone, silicium et le manganèse.

Pour mettre en évidence ces interactions, une méthode a été proposée par KIRKALDY et Col.

Comme le carbone diffuse beaucoup plus vite que l'élément d'alliage X, on propose qu'à chaque instant il est redistribué en équilibre suivant la répartition de X, il suit celle-ci sans déphasage, comme l'indique la figure 5.

La diffusion de X est relativement lente. Le carbone est déjà redistribué en fonction de X. ⁽⁶⁾

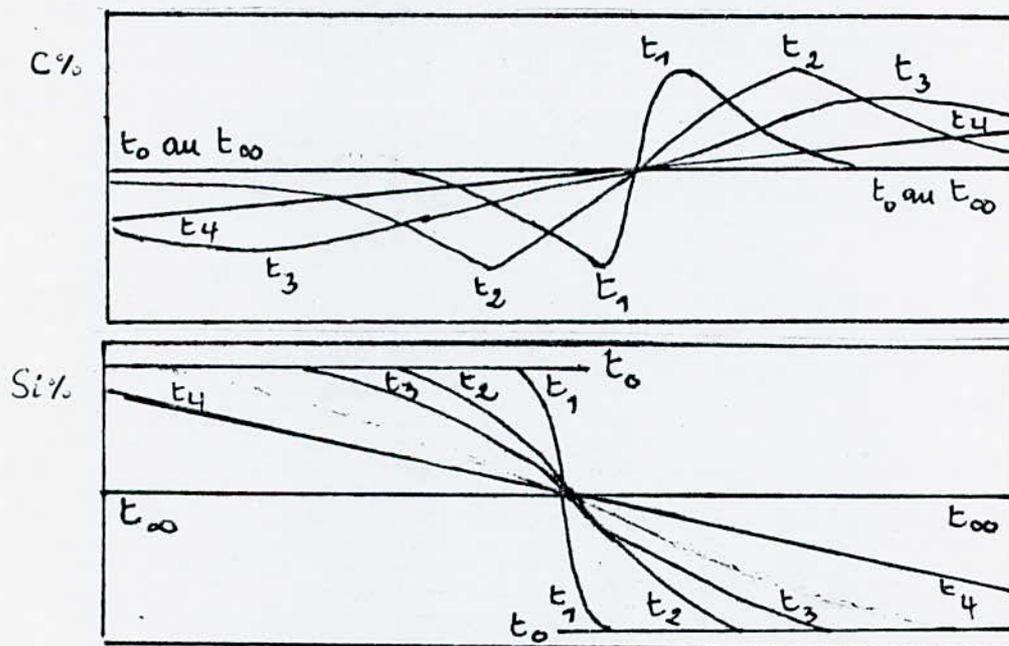


Figure 5: Schéma des expériences de DARKEN de diffusion

"inversée" du carbone montrant la redistribution du carbone en fonction de la diffusion du Si dans un couple FeCSi/FeC.

I.6 / IMPORTANCE DES DIFFERENTS FACTEURS DE LA DIFFUSION:

Plusieurs paramètres opératoires conditionnent le processus d'adhésion dans un couple de diffusion, ce sont la température, la durée, la pression, l'état de surface et l'environnement autour de l'interface du couple.

I.6.1 / TEMPERATURE:

Le choix de la température, lié à celui du temps, est nécessaire pour assurer l'assemblage du couple et permettre la diffusion et l'élimination des contaminants de surface. Il est aussi lié à la charge appliquée.⁽¹⁾

I.6.2 / DUREE DE TRAITEMENT:

Le maintien durant le traitement est généralement long pour assurer l'assemblage du couple puisque le transfert de matière, le fluage, la diffusion dépendent du temps et augmentent avec la température.⁽¹⁾

I.6.3 / PRESSION :

Elle est nécessaire pour réaliser le contact à l'échelle atomique, par les déformations plastiques localisées des aspérités des surfaces à joindre. La valeur choisie ne devra pas ^{être} trop élevée de façon à éviter de grosses déformations des couples.⁽¹⁾

I.6.4 / ETAT DE SURFACE:

C'est un facteur très important qui dépend de la pression appliquée. Cependant, le nettoyage de la surface de tous contaminants extérieurs doit être fait préalablement à toute opération du traitement.^(1,2)

I.6.5 / ENVIRONNEMENT:

Industriellement, ce facteur est très important. les expériences de laboratoire ont le plus souvent lieu sous vide ou sous atmosphère protectrice pour éviter les réactions qui se produisent entre l'atmosphère ambiante et la surface chaude des métaux, et pour conserver les métaux à traiter dans leurs états initiaux.⁽¹⁷⁾

CHAPITRE II

Partie Experimentale.

II - 1- / MATERIAUX UTILISES :

Pour notre étude on a utilisé deux matériaux de composition chimique différentes l'un riche en carbone et en silicium c'est la fonte GS et l'autre pauvre en carbone et en silicium qui est l'acier xc10.

II - 1-1 / FONTE GS:

La fonte utilisée pour notre étude est une fonte à graphique sphéroïdal dont la composition chimique après analyse spectrométrique est la suivante:

C= 3,202 %

Si= 1,11 %

Mn= 0,216 %

Mg= 0,008 %

La dureté BRINELL est comprise entre 180-187 HB ,

la charge à la rupture est de 61 daN/ mm²

La structure de notre fonte est ferrito-perlitique brut de coulée de type "BULL EYE " car le graphite est entouré de ferrite qui est elle même entouré de perlite figure 6 .

II -1-2 / ACIER DOUX XC 10 :

La composition chimique obtenue par l'analyse spectrométrique est la suivante :

C :0,101 % / P = 0,0101 %

Mn:0,594 % / Ni= 0,029 %

Si:0,058 % / S = 0,0216 %

Cr:0,064 % / Mo= 0,014 %

Au microscope optique, l'acier à l'état brut révèle une structure ferritique avec quelques grains de perlite figure 7 .

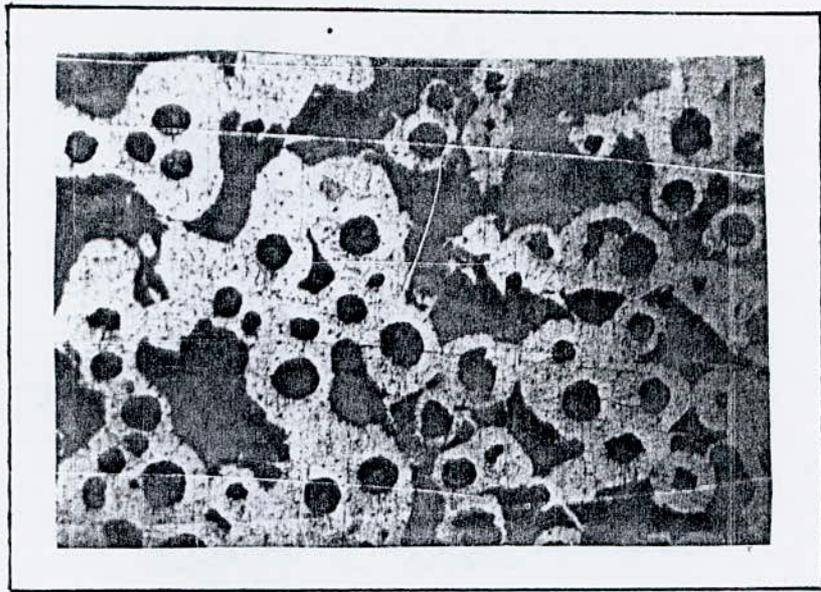


figure 6 : structure métallurgique de la fonte
étudiée attaquée au nital. G.100

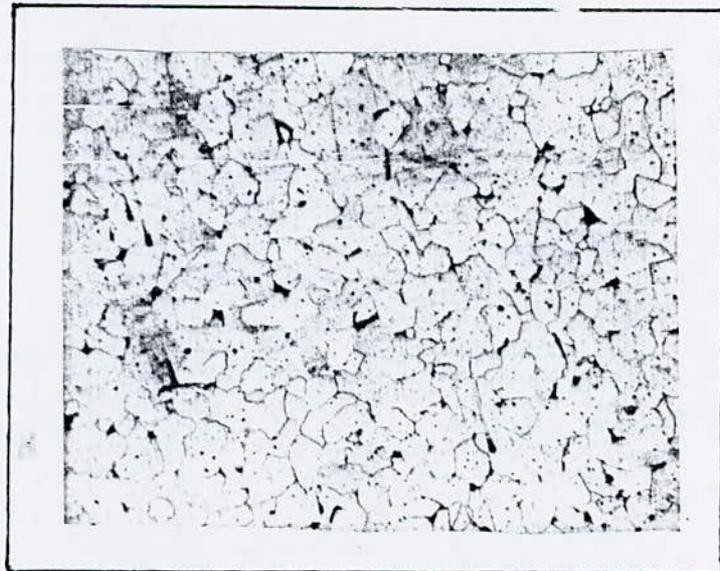


figure 7 : structure métallurgique de l'acier étudié
attaqué au nital. G.100

La dureté BRINELL est de 197 HB, la charge à la rupture est de 65 daN/mm².

La dureté VICKERS est de 247 HV .

II-2 / DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX UTILISES :

Pour notre étude, nous avons utilisé plusieurs dispositifs :

II- 2-1 / FOUR " TCR ADAMEL LHOMARGY " (HCR)

Il comporte une régulation et un dispositif de programmation (1) à affichage numérique type "CORESCI" permettant la reproduction de la loi thermique désirée (Figure 8)

Le four tubulaire est disposé verticalement(2), en son intérieur est inséré un tube laboratoire en alumine frittée, de diamètre utile 45mm fermé à sa partie supérieure par la pièce porte échantillons (3).

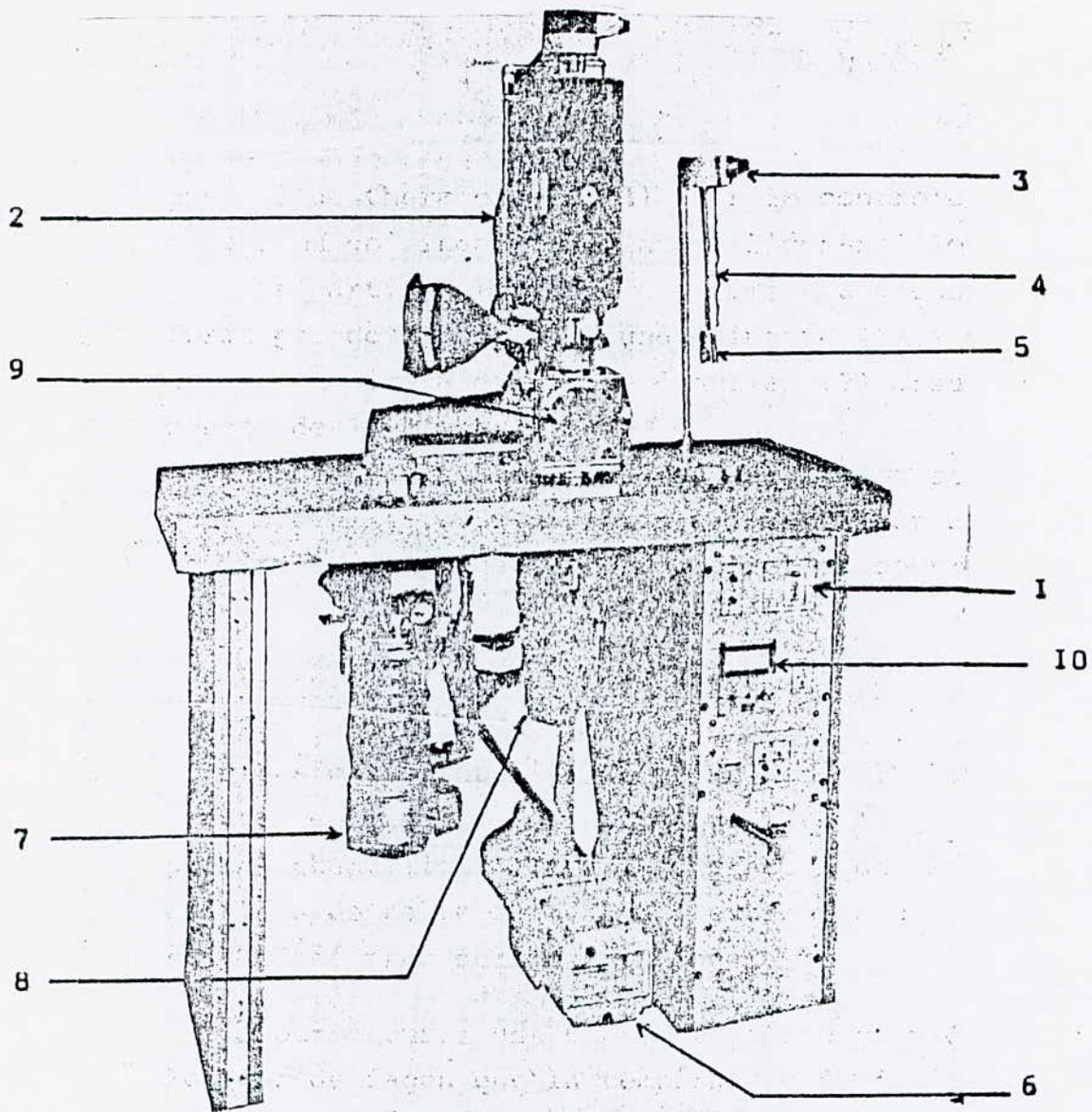
Elle est munie d'un thermocouple (4) pour le contrôle de la température au voisinage immédiat de l'échantillon (5).

La partie inférieure est reliée au dispositif de vide formé par deux pompes, l'une primaire (6) à palettes, l'autre secondaire à diffusion d'huiles (7) assurant un vide poussé de 10^{-6} mbar. Une vanne à tiroir(8) separe le pot de trempe du cube à vide (9).

La pression à l'intérieur du tube laboratoire est indiquée par le coffret du contrôle du vide (10).

Pour obtenir le vide, on utilise un groupe de pompage monté en série. On distingue une pompe primaire qui produit une pression de 10^{-2} mbar après une durée d'une heure.

Le vide dans l'enceinte peut atteindre une pression comprise entre 10^{-3} et 10^{-5} mbar.



- 1- dispositif de regulation
- 2- four
- 3- pièce porte échantillons
- 4- thermocouple
- 5- creuset
- 6- pompe primaire
- 7- pompe secondaire
- 8- pot de trempe
- 9- cube à vide
- 10- jauge de vide

figure 8 : four "TCR ADAMEL LHOMARGY"

La mise en marche du four se fait de la manière suivante.

1/- Disposition des échantillons à traiter dans un panier qu'on introduit par la suite dans le four.

2/- Mise en marche du groupe de pompage

- pompage primaire pendant une heure pour arriver à une pression de 10⁻¹ mbar.

- pompage secondaire pour atteindre la pression de 10⁻³ mbar

La pression du vide à atteindre lors des expériences dépend de la température et du temps de maintien de traitements

Plus la température et (ou) le temps de maintien sont élevés, plus la durée de marche du four est élevée et plus la durée de fonctionnement des pompes est élevée (la pompe restant allumée pendant toute la durée de l'opération), plus le vide obtenu sera grand.

3/- Programmation: donner les instructions nécessaires pour la réalisation des traitements température, vitesse de montée en température, temps de chauffage et de refroidissement.

II. 2.2 / FOUR ELECTRIQUE A RESISTANCE "803 SAC ET 804 SAC"

A la S.N.V.I - C.V.I on a travaillé sur des fours électriques à résistance de type 803 SAC et 804 SAC conçus pour recevoir une atmosphère protectrice inflammable; ces fours possèdent des équipements complémentaires tels que le moufle en acier réfractaire spécial fixé à l'avant d'une porte basculante.

A l'arrière du four se trouve un thermocouple chemisé pour le contrôle de la température, au voisinage des résistances chauffantes.

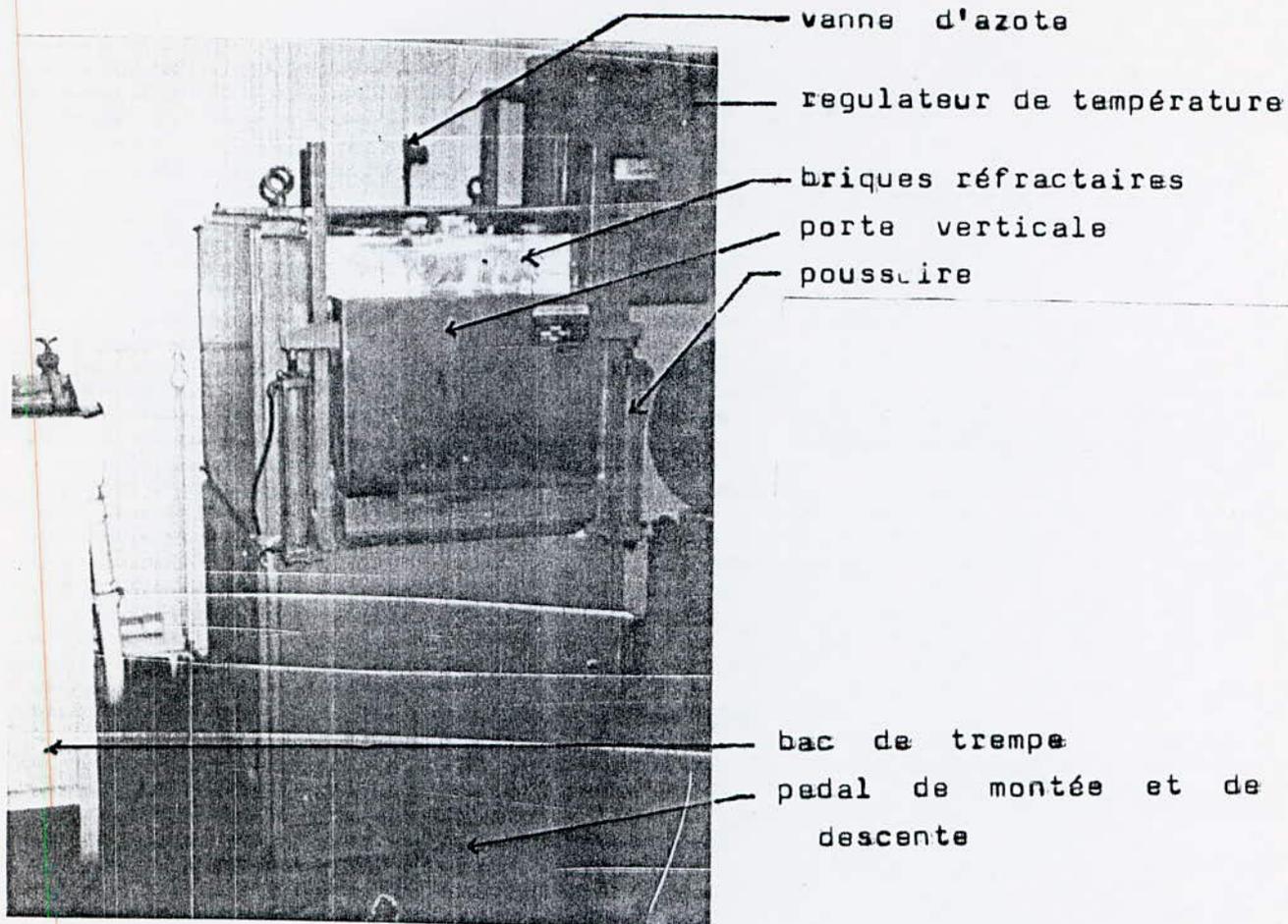


figure 9 : four électrique à résistance
de type "803 SAC et 804 SAC "

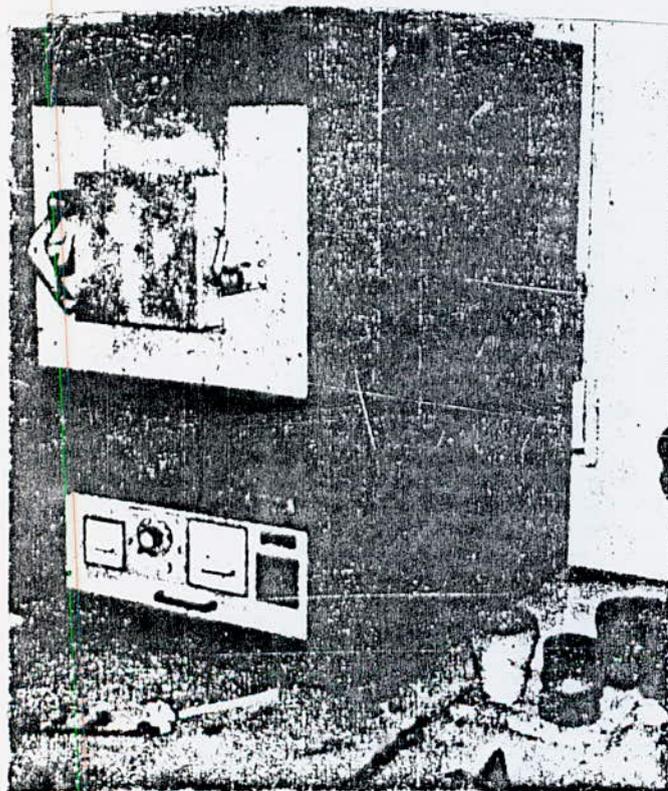


figure 10 : four élec-
trique à
résistance
de type
"LEYBOLD-
HERAEUS "

La régulation se fait à l'aide d'un régulateur à action proportionnelle intégrale dérivée évitant le décalage entre le point affiché par l'opérateur et la température obtenue figure 9 .

La température maximale du four est de 1100°C. Ce four développe une puissance de 8.5 KW et un voltage de 30 volts

II.2.3 FOUR ELECTRIQUE A RESISTANCE " LEYBOLD-HERAEUS":(ENP)

C'est un four électrique à résistance de marque HERAEUS, type KS, sa température peut atteindre jusqu'à 1500° C. Chauffé par des résistances en carbure de silicium, avec porte basculante, une régulation à asservissement électronique.

Le transformateur de puissance comporte plusieurs sorties permettant de compenser le vieillissement des éléments chauffants figure 10.

Dimensions intérieures:

- Largeur 12 cm
- Hauteur 10 cm
- Profondeur 32 cm

La transmission de la chaleur se fait par rayonnement. Ce four développe une puissance de 5.4 KW.

II.2.4 / MICRODUROMETRE VICKERS "TESTWELL"

Il caractérise la résistance du métal, sous l'enfoncement du pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée, d'angle au sommet de 136°, effectué sous une charge donnée. L'importance de l'empreinte laissée par le pénétrateur à la surface du métal détermine la microdureté.

La charge est choisie de telle sorte que l'empreinte soit mesurée avec la plus courte marge d'erreur d'appréciation.

II - 3 / MODE OPERATOIRE :

II - 3.1 / PROCEDE D'ASSEMBLAGE DU COUPLE DE DIFFUSION :

Ce procédé consiste :

- A mettre en contact les surfaces des pièces à assembler, correctement préparées.
- A appliquer une pression d'acostage, choisie en **fonction** des caractéristiques mécaniques des matériaux et des appareils disponibles.
- A chauffer l'ensemble sous vide ou sous atmosphère protectrice à une température déterminée en fonction des caractéristiques physicochimiques et mécaniques des matériaux. Car le rapprochement des atomes, nécessaire à la liaison des parties à assembler, est obtenu par un effet mécanique.

Les couples, de forme cylindrique, posés dans le four sont chauffés suivant des cycles thermiques variables puis refroidis soit dans le four soit à l'air libre.

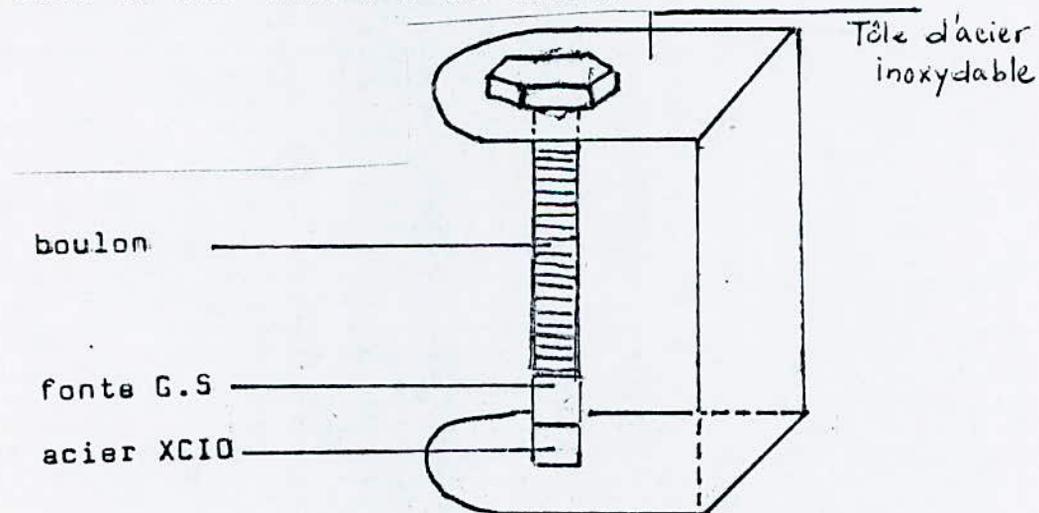


figure 11 : Schéma représentant le dispositif des expériences.

Après traitement, les couples sont découpés perpendiculairement aux interfaces pour mettre en évidence le phénomène de diffusion.

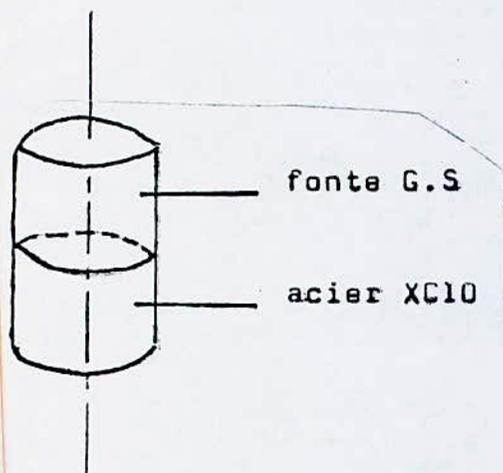


Fig 12 : Couple FGS/Acier XC10 avant coupe.

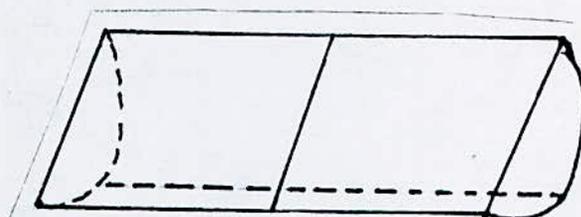


Fig 13 : Coupe longitudinale du couple FGS/XC10.

Les couples FGS/Acier XC10 sont ensuite enrobés pour faciliter le polissage près de la zone d'observation et attaqués au Nital (4 %) pendant quelques secondes.

En effet, il est assez difficile de déterminer la limite de la distance du carbone diffusé et le métal sain (XC10) par observation microscopique. Les distances sont aussi déterminées à partir des courbes microdureté-distance.

II - 3.2 / TRAITEMENTS THERMIQUES :

a/ CHOIX DES TRAITEMENTS THERMIQUES :

Les expériences de diffusion ont été menés en phase ferritique, austénitique et autour de la transformation de phase

$\alpha \rightleftharpoons \gamma$ de nos matériaux.

Le traitement thermique appliqué est le suivant :

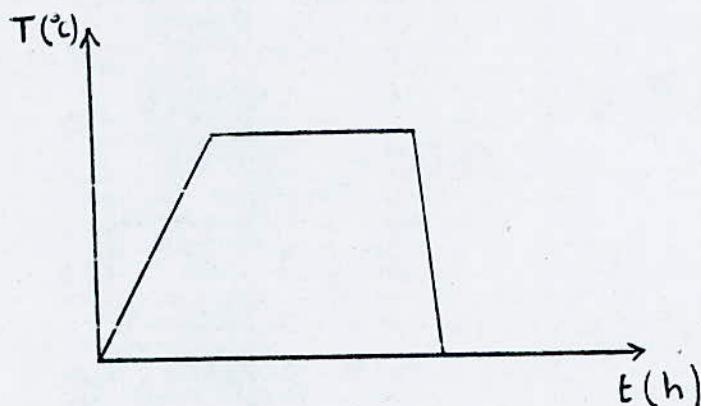


Figure 14 : Schéma des traitements thermiques.

- Chauffage jusqu'à une température donnée.
- Maintien à cette température ou cyclage thermique.
- Refroidissement lent ou rapide.

Notre étude est basée sur l'influence des différents paramètres opératoires sur l'évolution de la diffusion.

Le tableau ci-dessous regroupe tous les essais effectués.

Tableau 1 : Resumant les essais effectués

Température (°C)	650 (α)	650	950 (β)	950	950	700- 950 α → β	950
Temps de maintien(h)	1 h	2 h	1 h	2 h	1 h	1 h	1 h
Milieux de traitement	Air libre	Air libre	Air libre	Air libre	Air libre	(1)	(2)
Polissage faces à ac- coster	dia- mant 6 μ	dia- mant 6 μ	dia- mant 6 μ	dia- mant 6 μ	papier 320	dia- mant 6 μ	dia- mant 6 μ

(1) : Sous vide de 10^{-3} mbar.

(2) : Sous atmosphère protectrice (Azote).

b/ DETAIL DES DIFFERENTS TRAITEMENTS THERMIQUES :

. DIFFUSION DANS LE FOUR ELECTRIQUE A RESISTANCE "LEYBOLD - HERAEUS" :

L'étude expérimentale est divisée en deux parties suivant le traitement à effectuer.

- Traitement en phase ferritique (α) :

Après chauffage jusqu'à 650 °C, les couples FGS/XC10 sont soumis à des maintiens respectifs de 1 heure et de 2 heures, puis des refroidissements à l'air libre, (figure .15.....). Notons que les faces à accoster sont polies jusqu'au diamant 6 μ.

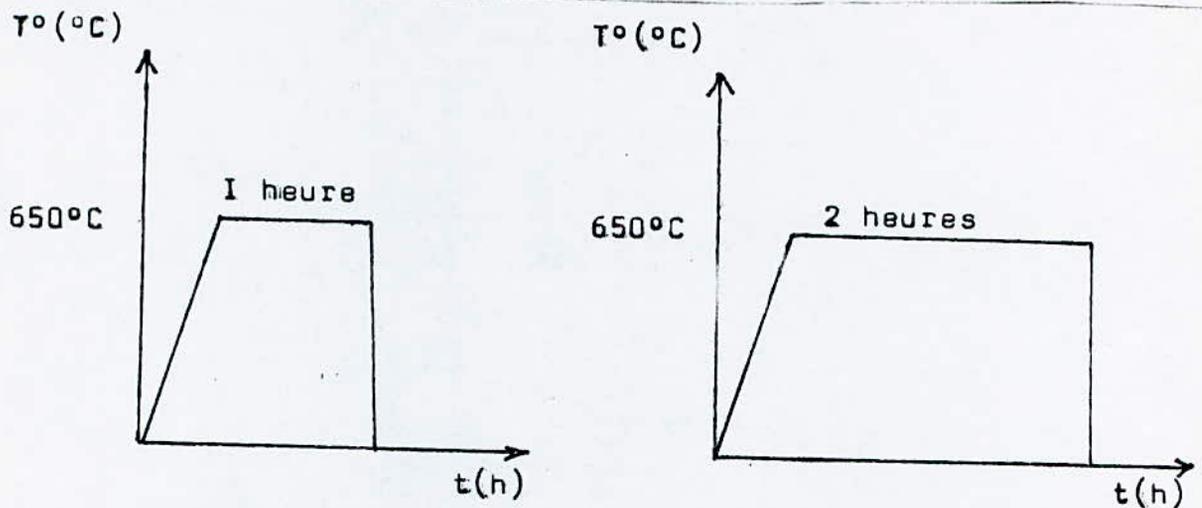


Figure .15... : Traitement en phase ferritique.

- Traitement en phase austénitique (γ) :

Ce type de traitement comporte un chauffage à une température correspondant au domaine austénitique, et des maintiens isothermes différents, puis des refroidissements à l'air libre comme l'indique la figure .16...

Notons que pour les deux premières expériences, les faces à accoster sont polies jusqu'au diamant 6 μ , tandis que pour la troisième, les faces à accoster sont polies jusqu'au papier 320.

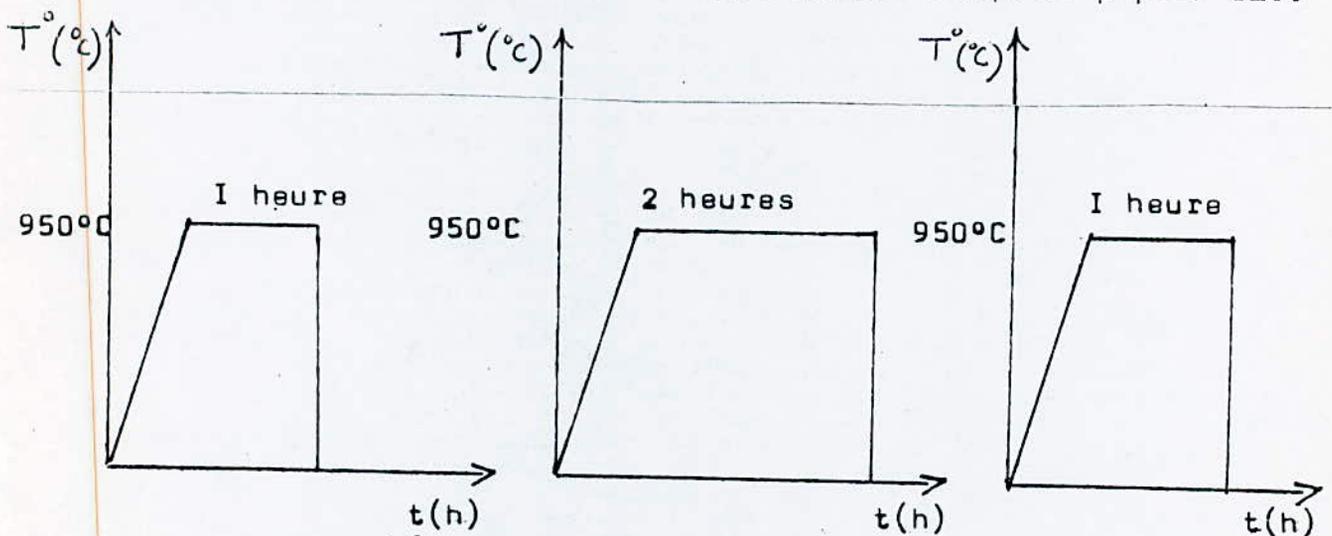


Figure .16... : Traitement en phase austénitique.

. DIFFUSION DANS LE FOUR "TCR ADAMEL LOHMARBY" :

Dans cette deuxième série, le couple FGS/XC10 est traité sous un vide de l'ordre de 10^{-3} mbar, nous avons procédé au cyclage thermique suivant (figure 17).

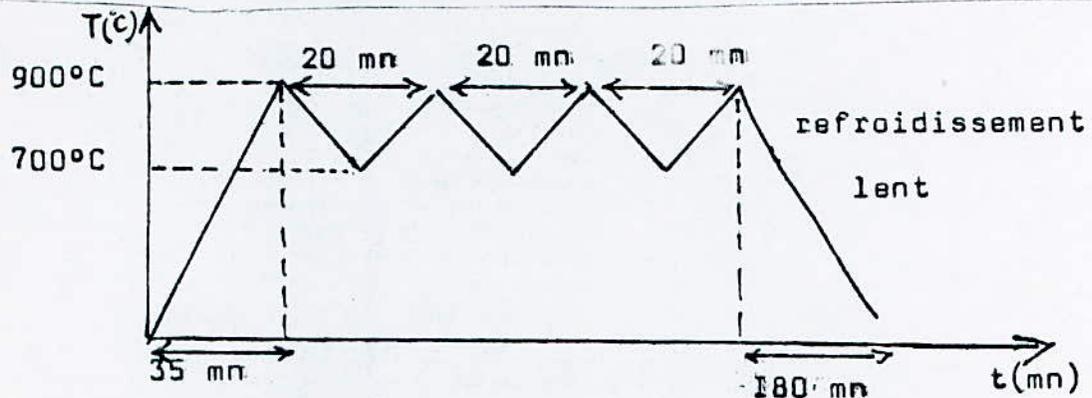


Figure 17 : Traitement autour de la transformation de phase $\alpha \rightleftharpoons \gamma$.

. DIFFUSION DANS LE FOUR ELECTRIQUE A RESISTANCE "803 SAC et 804 SAC" SOUS ATMOSPHERE PROTECTRICE :

Dans cette troisième série d'expérience le couple FGS/XC10 est traité sous une atmosphère protectrice inerte (azote).

Nous avons procédé au traitement thermique suivant la figure. 18

- Chauffage jusqu'à 950 °C.
- Maintien d'une heure.
- Refroidissement à l'air libre.

Les échantillons sont polis jusqu'au diamant 6 μ .

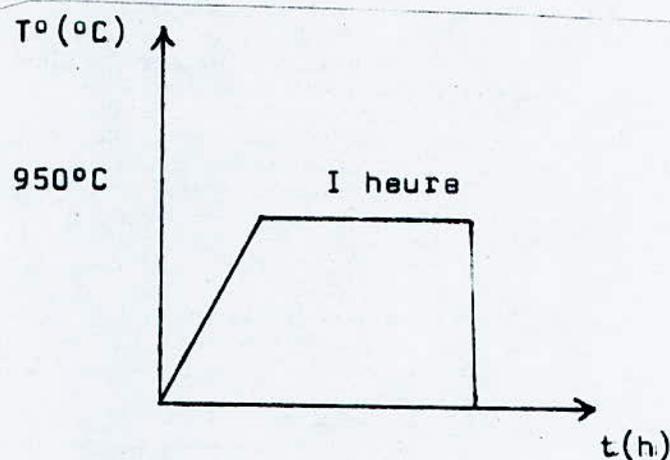


Figure 18 : Traitement en phase austénitique sous atmosphère protectrice.

II.3.3. METHODES DE CARACTERISATION:

On peut remarquer qu'il existe plusieurs méthodes de mesurer de la distance de diffusion .

- Analyse spectrometrique.
- Etude métallographique au microscope
- Micro-analyse à sonde électronique.
- Microdureté

Dans notre étude, on a utilisé que deux d'entre elle: la méthode métallographique et la méthode de microdureté.

a/. METHODE MICROGRAPHIQUE:

C'est la méthode la plus classique, elle a pour but de mettre en évidence les constituants des produits métallurgiques (structures et phases qui apparaissent après diffusion).

Après polissage, l'attaque doit être suffisante pour mettre en évidence la structure observée au microscope.

Remarque:

C'est une méthode rapide et simple, elle nous permet d'avoir une idée précise sur la couche de diffusion, mais elle est parfois assez imprecise car il est difficile dans certain cas de déterminer la limite entre la zone de diffusion et le métal sain.

b/. METHODE DE MICRODURETE "VICKERS":

Cette méthode consiste à traiter l'échantillon puis mesurer l'évolution de la microdureté en fonction de la profondeur.

La microdureté varie généralement en fonction de la concentration en carbone. L'essai se compose d'une mise en charge de 5 à 8 s et du maintien de la charge sur l'échantillon pendant 10 à 15 s. Après l'application de la charge, le pénétrateur laisse une empreinte en losange. Les diagonales de l'empreinte d1 et d2 sont mesurées à l'aide d'une règle graduée située sur l'oculaire.

On calcul la diagonale moyenne D

$$D = \frac{d1 + d2}{2}$$

La lecture de la microdureté se fait directement sur des tables faisant correspondre la diagonale moyenne D à la microdureté Hv suivant la charge appliquée.

CHAPITRE III

Resultats et Interpretations.

III.1 / PRESENTATION DES RESULTATS:

Les figures 19, 20, 21, 22, 23, 24 et 25 regroupent les observations micrographiques des interfaces des couples ayant diffusé dans différentes conditions thermiques et dans des milieux différents.

Après traitement à 650°C (figure 19), on remarque que la fonte obtenue est ferrito-perlitique et qu'il n'y a pas eu de diffusion du carbone.

A 950°C après maintien d'une heure (figure 21) la matrice de la fonte est essentiellement perlitique. Le carbone a diffusé jusqu'à 364 μ dans l'acier XC10. On commence à entrevoir la formation d'une bande ferritique à l'interface du côté de la fonte.

A 950°C après maintien de deux heures (figure 22), la fonte est toujours perlitique.

La diffusion du carbone est plus prononcée que dans le cas précédent, le carbone a diffusé jusqu'à 636 μ dans l'acier XC10.

Dans ce cas la bande ferritique est plus nette.

A 950°C après maintien d'une heure et un état de surface poli jusqu'au papier 320 (figure 23), on remarque que la fonte reste toujours perlitique, la diffusion du carbone dans l'acier XC10 est de 318 μ . La zone appauvrie en carbone dans la fonte près de l'interface existe toujours. Dans ce cas on remarque qu'il s'est formé un film d'oxyde à l'interface du couple qui est dû à la réaction entre l'air et les deux surfaces.

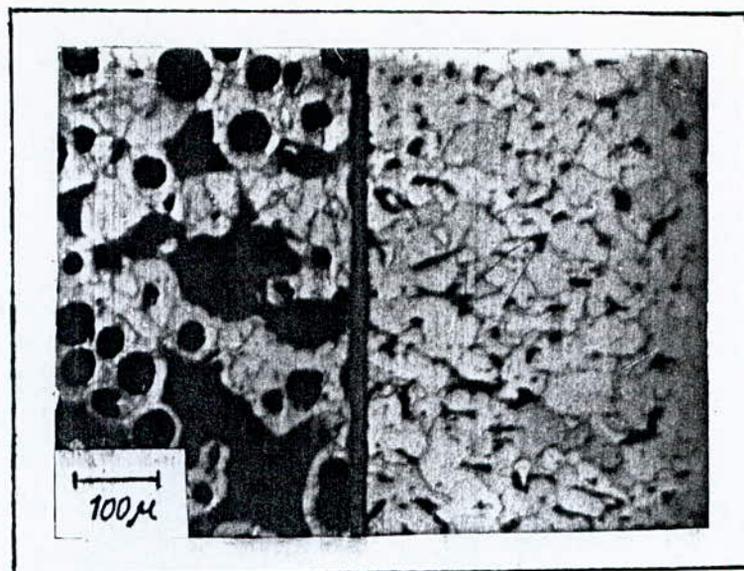


figure 16 : couple FGS/XC10 traité dans un four électrique à résistance à $T^{\circ} = 650^{\circ}\text{C}$ pendant 1 heure. G.100
 les faces accostées étaient polies jusqu'au diamant 6μ .

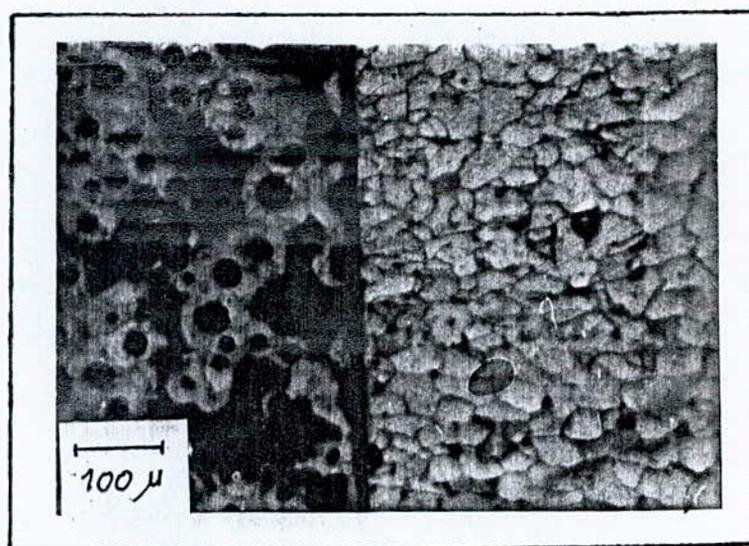


figure 17 : couple FGS/XC10 traité dans un four électrique à résistance à $T^{\circ} = 650^{\circ}\text{C}$ pendant 2 heures. G.100
 les faces accostées étaient polies jusqu'au diamant 6μ .

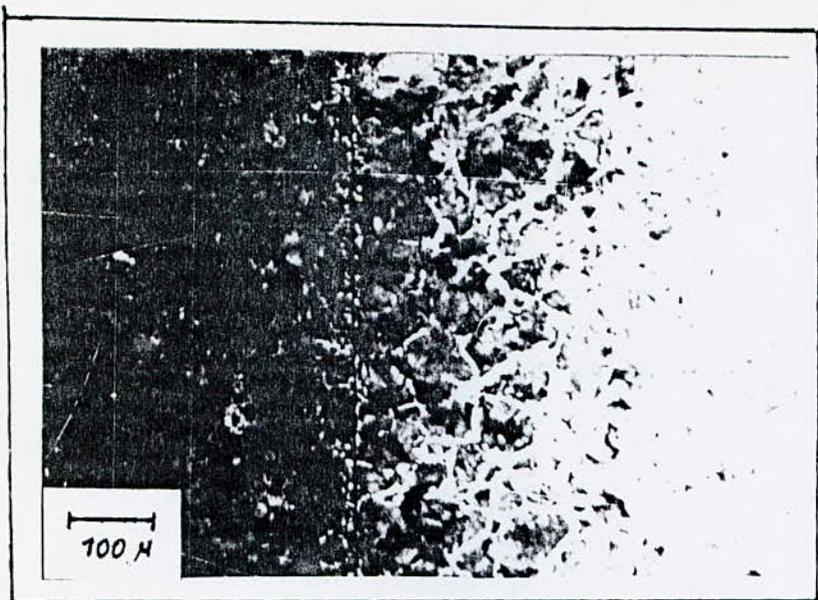


figure 21 : couple FGS/XC10 traité dans un four électrique à résistance à T° 950°C pendant 1 heure . G.100
 les faces accostées étaient polies jusqu'au diamant 6μ

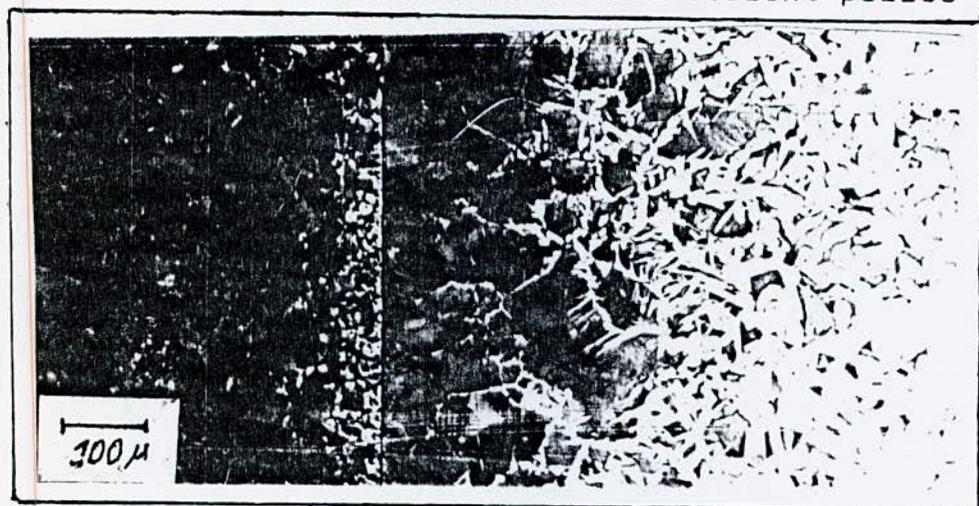


figure 22 : couple FGS/XC10 traité dans un four électrique à résistance à T° 950°C pendant 2 heures. G.100
 les faces accostées étaient polies jusqu'au diamant 6μ



figure 23 : couple FGS/XC10 traité dans un four électrique à résistance à T° 950°C pendant 1 heure. G.100
 les faces accostées étaient po-

lies jusqu'au papier 320

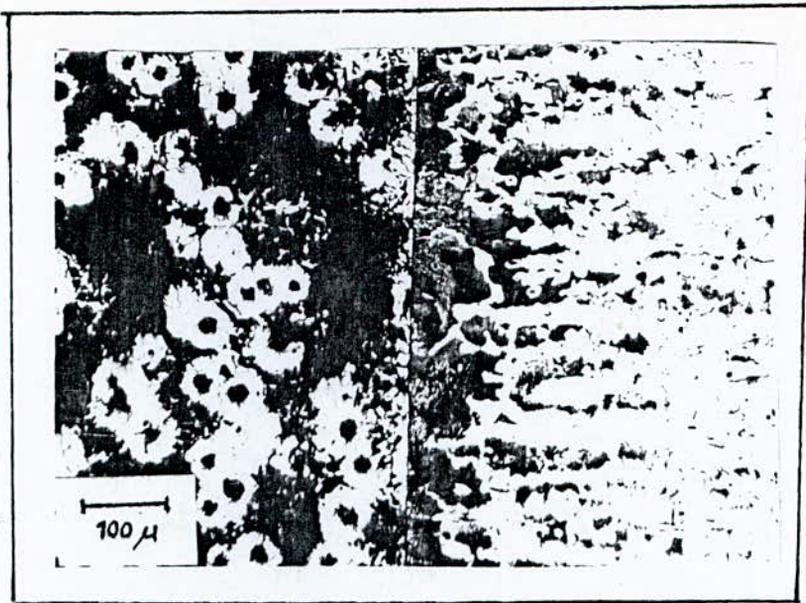


figure 21 : couple FGS/XC10 traité dans un four sous un vide de l'ordre de 10^{-6} mbar à T° 700-900°C pendant 1 heure . G.100
 les faces accostées étaient polies jusqu'au diamant 6μ ;

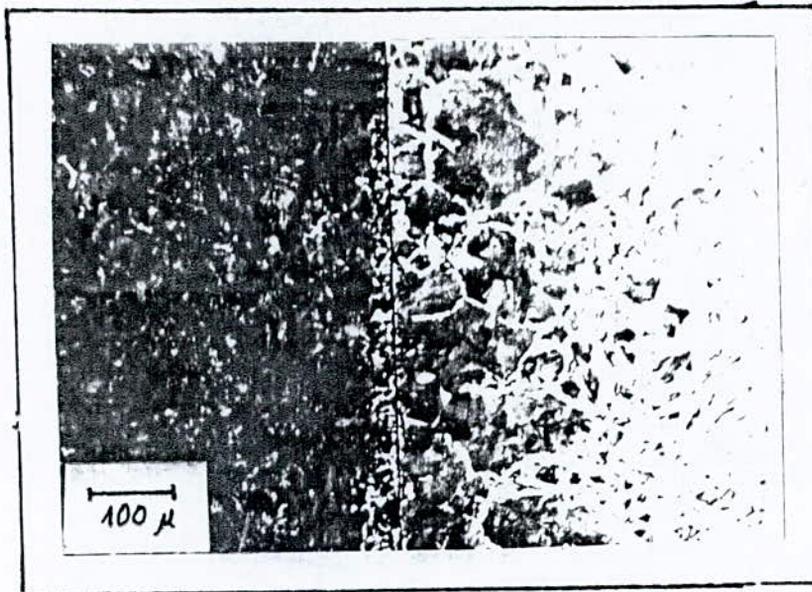


figure 22 : couple FGS/XC10 traité dans un four électrique à résistance sous atmosphère protectrice inerte (azote) à T° 950°C pendant 1 heure . G.100
 les faces accostées étaient polies jusqu'au diamant 6μ .

Lors du cyclage thermique autour du point de transformation de phase $\alpha \rightleftharpoons \delta$ (700-900°C) Après traitement d'une heure sous un vide de 10^{-3} mbar (figure 24), la matrice de la fonte est semblable à celle de départ (ferrito-perlitique).

La diffusion du carbone dans l'acier XC10 atteint une distance de 136 μ .

A 950°C après un maintien d'une heure (figure 25) la même situation se rencontre lors du traitement sous atmosphère protectrice (azote), la matrice de la fonte reste toujours perlitique, en effet ^{La bande ferritique dans} la fonte existe comme dans les cas précédents et le carbone a diffusé jusqu'à 409 μ .

Le tableau ci-dessous regroupe les distances de diffusion du carbone dans l'acier de toutes les expériences faites.

Températ. (°C)	650 (α)	650 (δ)	950 (δ)	950 (δ)	950 (δ)	700-900 $\alpha \rightleftharpoons \delta$	950 (δ)
Temps de maintien en h	1 h	2 h	1 h	2 h	1 h	1 h	1 h
Polissage des faces accost.	diamant 6 μ	diamant 6 μ	diamant 6 μ	diamant 6 μ	papier 320	diamant 6 μ	diamant 6 μ
Milieux de traitement	Air libre	Air libre	Air libre	Air libre	Air libre	Sous vide de 10 mbar	atmosph. protect. (Azote)
Distance de diffusion du carbone dans l'acier XC10 (μ)	0 formation d'un film d'oxyde	0 formation d'un film d'oxyde	364 μ	636 μ	318 μ	136 μ	409 μ

Tableau 2 - Résultats obtenus -

Les courbes de dureté données par les figures 26 à 32 présentent une même allure pour les traitements en phase austénitique et en cyclage thermique; la dureté diminue jusqu'à une certaine distance près de l'interface du côté de la fonte puis elle augmente dans l'acier jusqu'à une certaine valeur où elle se stabilise pour former un palier. L'allure obtenue en phase ferritique est différente, elle est presque constante dans les deux matériaux puisqu'il n'y a pas eu de diffusion du carbone et le métal sain.

L'existence du palier met en évidence la limite entre la distance de diffusion du carbone et le métal sain.

III-2/ ANALYSE DES RESULTATS:

III-2-1/ INFLUENCE DES DIFFERENTS PARAMETRES:

Le phénomène de la diffusion est conditionné par plusieurs facteurs (température, durée, état de surface, transformation de phase et environnement).

a/ ROLE DE LA TRANSFORMATION DE PHASE:

Nous étudierons l'effet de la transformation de phase sur la diffusion lorsque les traitements thermomécaniques se font avec cyclage thermique $\alpha \rightleftharpoons \gamma$. La comparaison va se faire avec les traitements isothermes en phase ferritique (α) ou austénitique (γ).

Dans le cas de cyclage thermique autour du domaine de transformation de phase ($\alpha \rightleftharpoons \gamma$), les résultats de la diffusion du carbone obtenus montrent une amélioration par rapport à un maintien isotherme en phase ferritique. Cependant ces résultats restent inférieurs à ceux obtenus en phase austénitique. Il semble que ce qui importe est la durée effective passée en phase austénitique lors du cyclage.

TABLEAU (3) :

Diffusion du couple Fonte G.S / Acier XC10
 microdureté perpendiculaire à l'interface du couple traité
 dans un four électrique à résistance à $T = 650^{\circ}\text{C}$ pendant
 $t = 1 \text{ h}$

Les faces accostées étaient polies au diamant 6 μ

	Fonte GS				Acier XC 10				
distance um	300	200	100	50	50	100	200	300	400
dureté HV	240	210	204	201	199	196	192	193	189

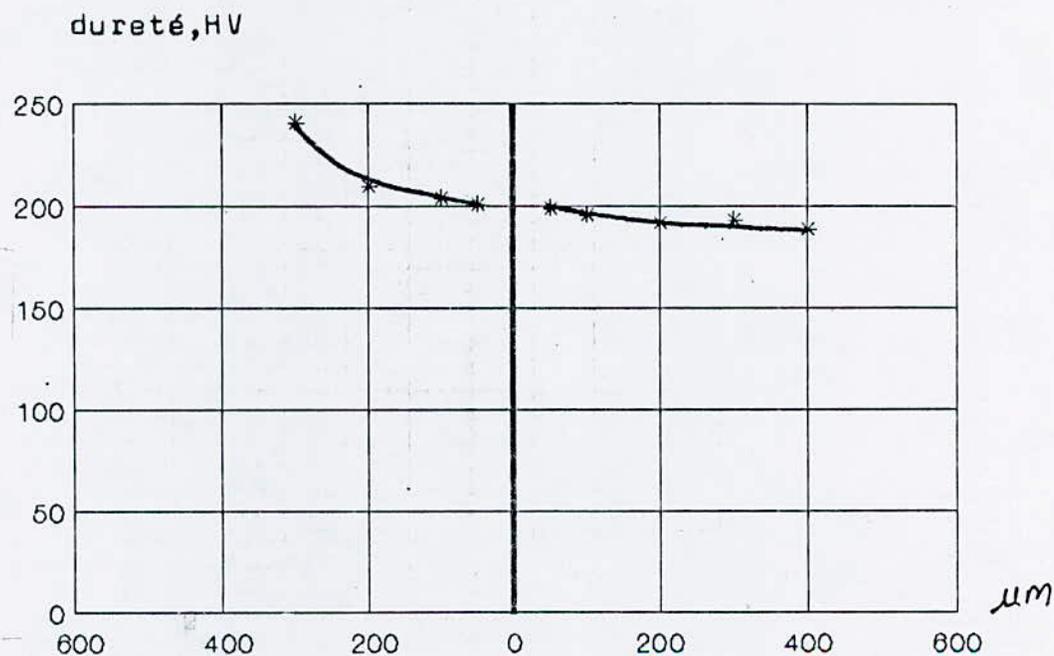


figure 26 - microdureté à l'interface (charge de 200g)

TABEAU (4) :

Diffusion du couple Fonte G.S / Acier XC10
 microdureté perpendiculaire à l'interface du couple traité
 dans un four électrique à résistance à $T = 650^{\circ}\text{C}$ pendant
 $t = 2 \text{ h}$
 Les faces accostées étaient polies au diamant 6 μ

	Fonte GS				Acier XC 10				
distance um	300	200	100	50	50	100	200	300	400
dureté HV	245	212	210	205	201	198	190	192	188

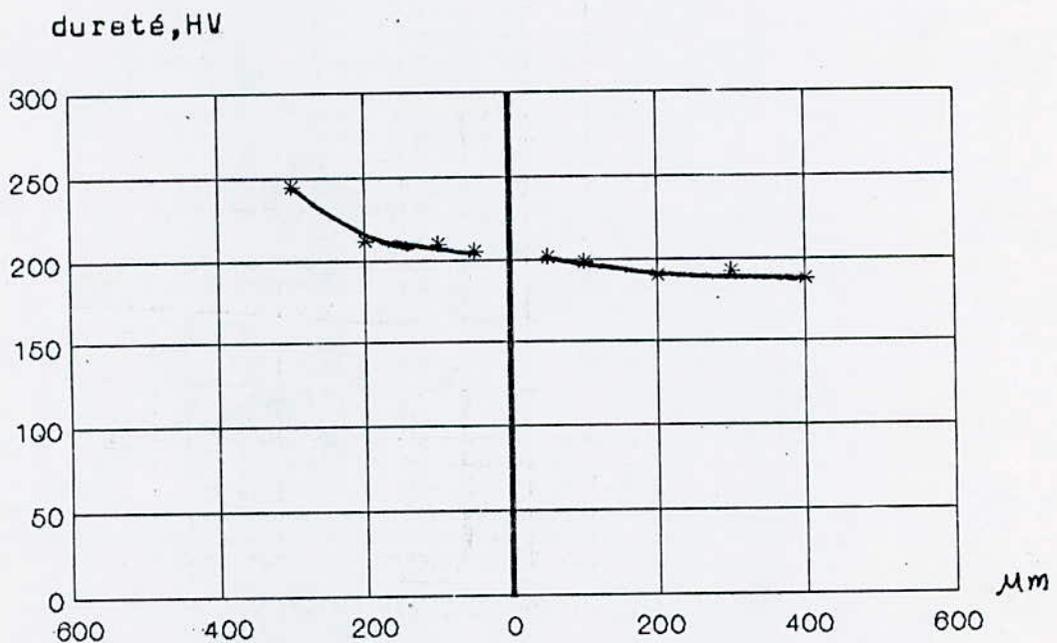


figure 27 - microdureté à l'interface (charge de 200g)

TABLEAU (5) :

Diffusion du couple Fonte G.S / Acier XC10
 microdureté perpendiculaire à l'interface du couple traité
 dans un four électrique à résistance à T = 950 C pendant

t = 1 h

Les faces accostées étaient polies au diamant 6 μ

	Fonte GS					Acier XC 10					
distance um	300	200	100	50	20	20	50	100	200	300	400
dureté HV	393	390	364	320	223	254	243	233	221	213	199

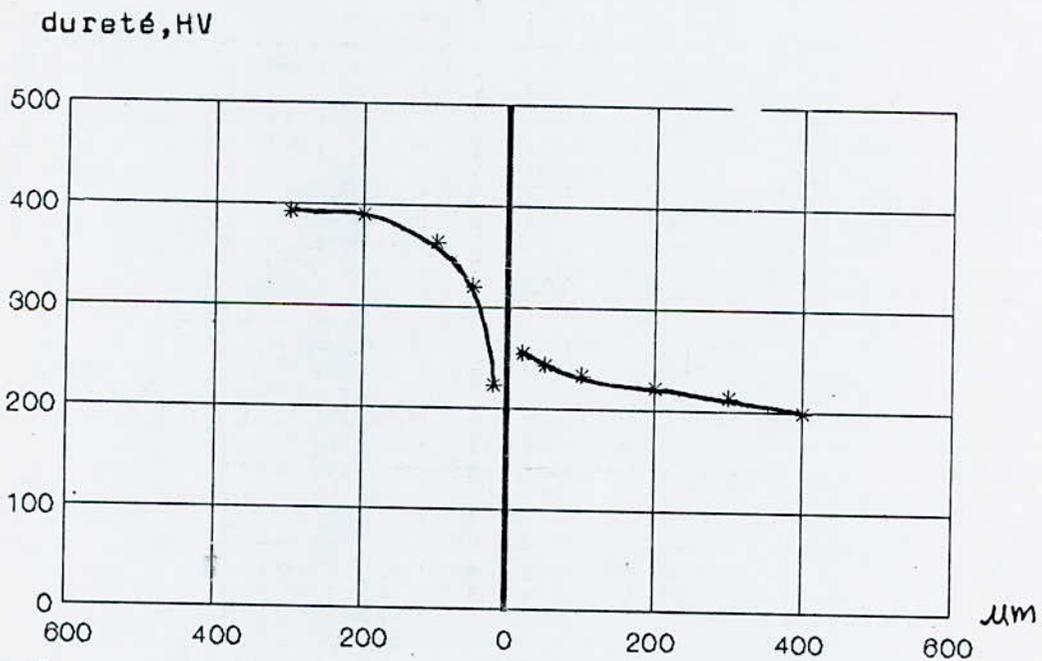


figure 28 - microdureté à l'interface (charge de 200g)

TABLEAU (8) :

Diffusion du couple Fonte G.S / Acier XC10
 microdureté perpendiculaire à l'interface du couple traité
 dans un four électrique à résistance à T = 950 C pendant

t = 2 h

Les faces accostées étaient polées au diamant 6 u

	Fonte GS					Acier XC 10					
distance um	300	200	100	50	20	20	50	100	200	300	400
dureté HV	405	395	380	350	210	267	259	249	234	225	218

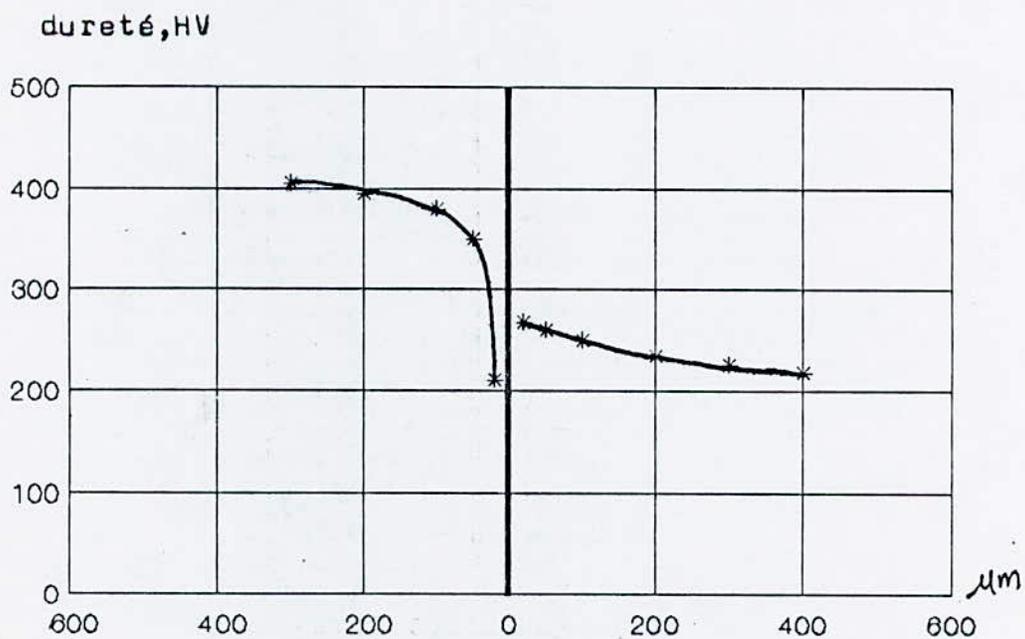


figure 29 - microdureté à l'interface (charge de 200g)

TABLEAU (4) :

Diffusion du couple Fonte G.S / Acier XC10
 microdureté perpendiculaire à l'interface du couple traité
 dans un four électrique à résistance à T = 950 C pendant
 t = 1 h

Les faces accostées étaient polées jusqu'au papier 320

	Fonte GS					Acier XC 10					
distance um	300	200	100	50	20	20	50	100	200	300	400
dureté HV	387	361	358	365	229	246	240	242	231	221	202

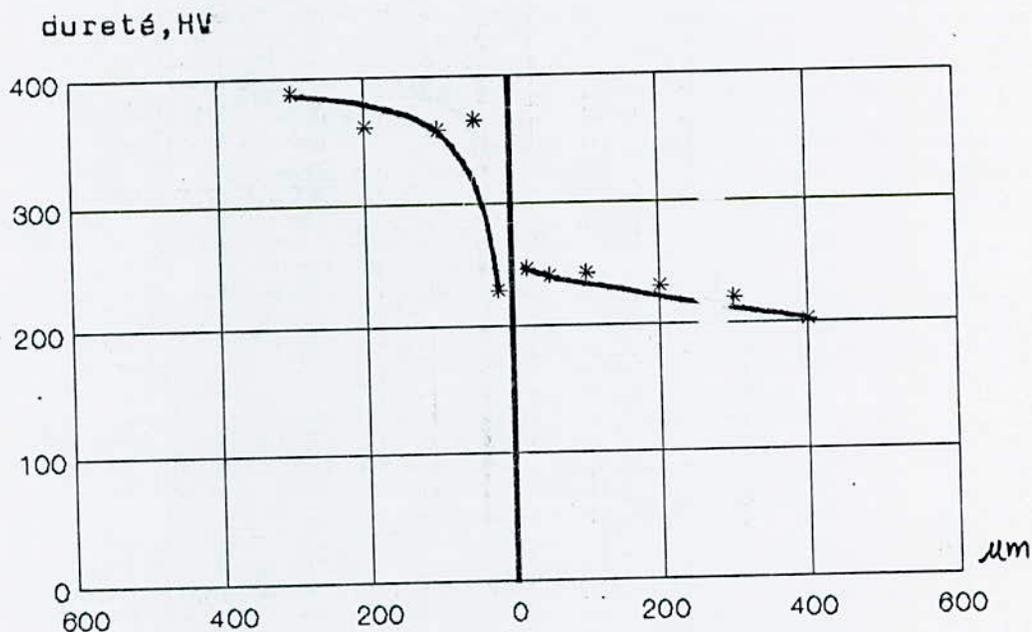


figure 30 - microdureté à l'interface (charge de 200g)

TABLEAU (8) :

Diffusion du couple Fonte G.S / Acier XC10
 microdureté perpendiculaire à l'interface du couple traité
 dans un four "Adamel LHOMARGY" sous un vide de 10^{-3} mbar
 à T = 700-900 C pendant t = 1h
 Les faces accostées étaient polies jusqu'au diamant 6 u

	Fonte GS					Acier XC 10					
distance um	300	200	100	50	20	20	50	100	200	300	400
dureté HV	310	286	290	280	210	235	231	217	210	200	202

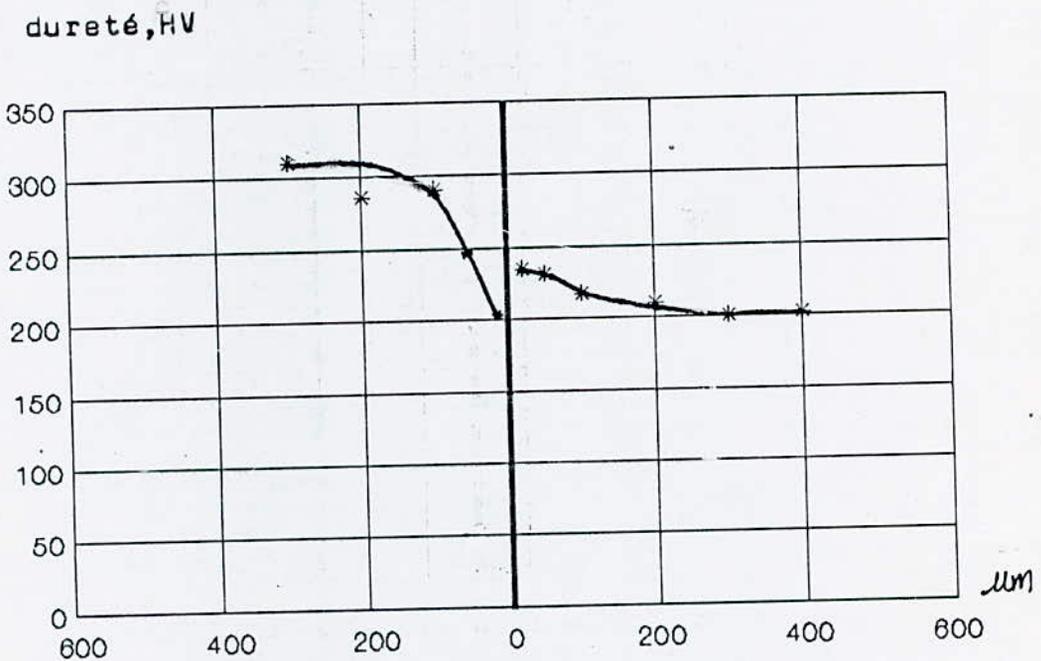


Figure 31 - microdureté à l'interface (charge de 200g)

TABLEAU (9) :

Diffusion du couple Fonte G.S / Acier XC10
 microdureté perpendiculaire à l'interface du couple traité
 dans un four électrique à résistance sous atmosphère
 protectrice (Azote) à T = 950 C pendant t = 1h
 Les faces accostées étaient polies au diamant 6 u

	Fonte GS					Acier XC 10					
distance um	300	200	100	50	20	20	50	100	200	300	400
dureté HV	398	370	330	301	216	257	246	235	223	212	201

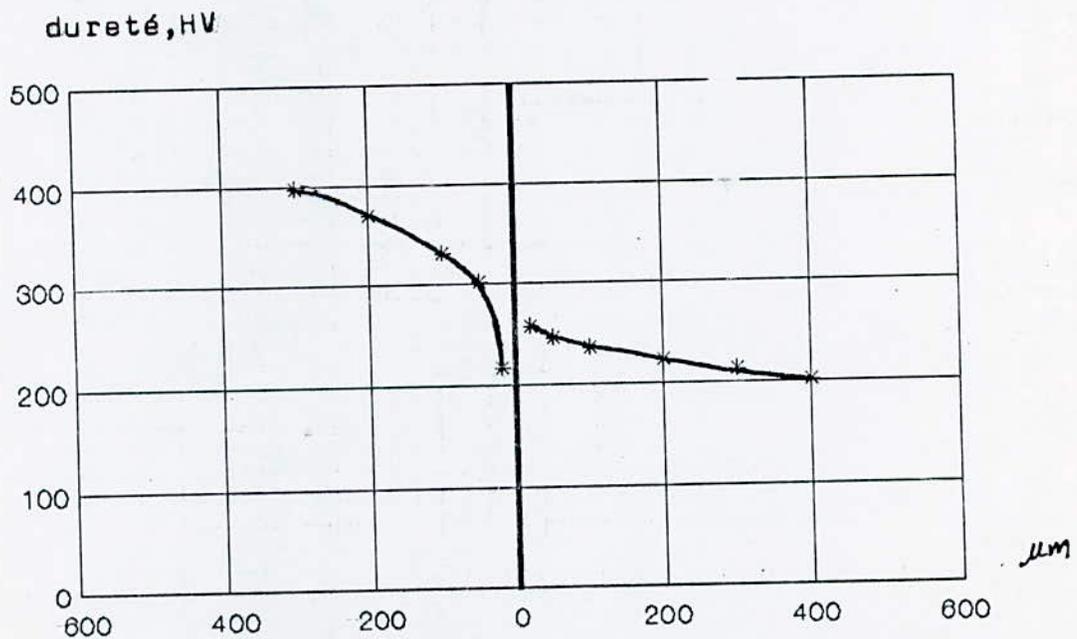


figure 32 - microdureté à l'interface (charge de 200g)

Le passage cyclique d'une phase à une autre phase modifie le réseau cristallin du fer engendrant la création de défauts (lacunes).

Ces défauts interviennent sur la cinétique de diffusion.

b-/ ROLE DES PARAMETRES THERMOMECHANIQUES ET CINETIQUE

(contrainte, durée et température):

Ce sont les principaux paramètres qu'on peut prendre en compte pendant toutes les phases du traitement (charge d'appui, durée de maintien et température).

D'après les résultats déjà cités dans le (tableau 9). Nous pouvons dire que ces paramètres influent sur la cinétique de la diffusion puisque l'augmentation de l'un de ces paramètres augmentent la distance de diffusion du carbone dans l'acier. Ces paramètres, ne sont pas indépendants entre eux, leurs effets sont très liés et ainsi difficiles à séparer.

c-/ INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT:

En réalité, les surfaces sont contaminées par des éléments extérieurs (poussières, graisses), il est donc nécessaire d'éliminer ces contaminants par polissage ou nettoyage par l'acétone pour assurer la liaison du couple métal/métal.

L'apparition de couches d'oxydes à l'interface du couple pendant le traitement à l'air libre (voir figure 19, 20, 23) va réduire la surface réelle de contact et gêner le phénomène de diffusion.

L'augmentation des conditions de température et de contrainte peut resorber par diffusion ou mécaniquement ces oxydes.

d/ INFLUENCE DE L'ETAT DE SURFACE :

Dans la diffusion, l'état de surface des échantillons du couple joue un rôle important. Les échantillons sont loin d'avoir des surfaces lisses. A l'interface, la surface réelle de contact représente la somme des microsursaces de contact des aspérités.

D'après les résultats obtenus (voir tableau 2.), nous pouvons dire qu'une meilleure adhésion est obtenue pour les faibles rugosités, puisqu'on a remarqué que la couche d'oxyde à l'interface augmente lorsque la rugosité augmente.

e/ INTERPRETATION DE LA BANDE FERRITIQUE OBTENUE :

Pour une température de 950 °C, après des maintiens d'une heure et de deux heures, une bande ferritique dans la fonte GS du côté de l'interface est observée. Elle est due essentiellement à l'interaction des éléments chimiques (carbone et silicium).

En solution solide dans le fer, le Silicium accroît le potentiel chimique du carbone dans l'austénite (7).

Nous allons examiner l'aspect thermodynamique global du problème (6,9).

Pour cela, nous considérons que le binaire Si-C se comporte comme une solution diluée. L'activité thermodynamique du carbone est fonction de la concentration en silicium du binaire. Lorsque un peu de silicium diffuse dans l'acier XC10, le carbone contenu dans la fonte GS va réagir pour compenser cette différence d'activité, le carbone avait diffusé du côté riche en silicium (fonte GS) vers le côté pauvre en silicium (acier XC10) (9). Nous nous trouvons dans la situation de l'expérience de DARKEN figure 33.

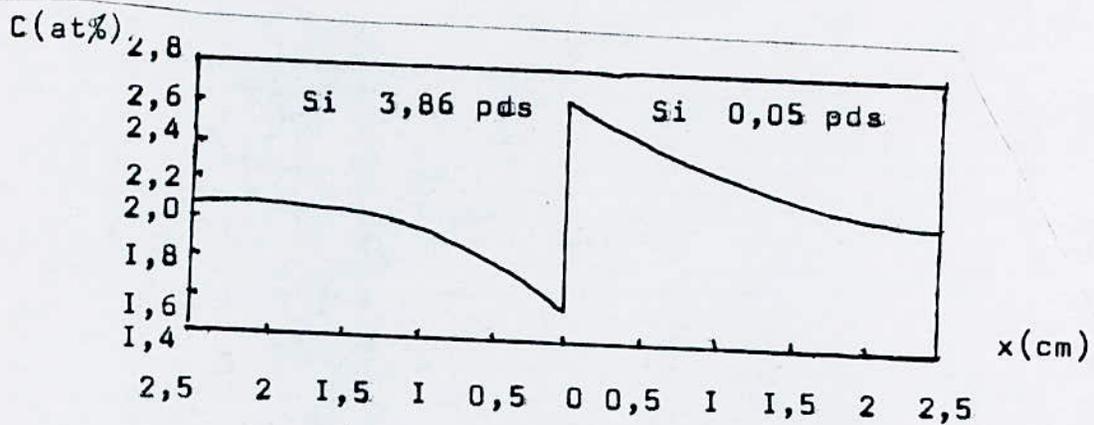


Figure 33: Redistribuition du carbone dans un couple de diffusion ternaire FeC/FeC-Si

$$D_C = 4.8 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s} \quad \text{et} \quad D_{Si} = 4.6 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^2/\text{s}$$

$D_C > D_{Si}$: Le carbone va diffuser beaucoup plus rapidement que le silicium. Dans ce cas le carbone va migrer vers les régions pauvres en silicium, provoquant la formation de la bande ferritique dans la fonte GS.

Ainsi l'activité thermodynamique du carbone devient plus importante dans la partie acier que dans la partie fonte GS du couple de diffusion, lorsque un peu de silicium diffuse dans l'acier. Le carbone va donc migrer vers les régions pauvres en silicium, provoquant la formation de la bande ferritique dans la fonte.

CONCLUSION

Notre travail consistait à étudier, en premier lieu, les phénomènes de diffusion entre deux matériaux de composition chimique différente et par la suite le phénomène de l'existence d'une bande appauvrie en carbone près de l'interface dans la fonte GS, observé dans certaines conditions thermodynamiques.

Nous avons remarqué que les meilleurs résultats de la diffusion du carbone sont obtenus lorsque les couples fonte GS/acier XC 10 se trouvent en phase austénitique ou à un degré moindre en cyclage thermique autour de la transformation de phase ($\alpha \rightleftharpoons \gamma$) Le paramètre important est la durée de séjour en phase austénitique .

Au niveau des paramètres opératoires, la température et la durée du traitement ne sont pas indépendants entre eux .

Le choix optimal sera porté vers des valeurs de température permettant l'austénisation et des durées assez élevées.

La cause de l'existence de la bande ferritique du côté de la fonte près de l'interface est due à l'interaction des éléments chimiques (C,Si) au cours de la diffusion.

Au cours de toutes les expériences faites on a remarqué que la couche de diffusion n'est pas homogène en tout point de l'interface du couple.

Cela est dû au mauvais contact des deux surfaces lors de l'application de la contrainte et à la structure métallurgique de la fonte GS (existence de concentrations locales en carbone c'est à dire les modules de graphite) qui engendre une diffusion hétérogène dans l'acier XC10.

Bibliographie

- 1/ F. HELLAL
Etude du sondage par diffusion d'une fonte G.S en cyclage thermique avec transformation de phase, apport d'un nouveau procede d'assemblage par friction-diffusion. THESE DOCTEUR-INGENIEUR, INPL, 1987.
- 2/ TECHNIQUE DE L'INGENIEUR.
M55 : Diffusion dans les metaux.
- 3/ J. BARALIS et G. MAEDER.
Precis de metallurgie, AFNOR, 1988.
- 4/ N. CHERMAT et N. BOUTAREK.
Etude de la decarburation d'un acier XC 90, projet de fin d'etude, Juin 1988, E.N.P.
- 5/ J. BENARD - A. MICHEL - J. PHILIBERT - J. TALBOT.
Metallurgie generale, MASSON, 1984.
- 6/ Y. ADDA et J. PHILIBERT.
La diffusion dans les solides, edition INSTN et PUF, 1966.
- 7/ Y. JOUFFRY.
Soudage par diffusion au four sous vide, soudage et techniques connexes, 1/2, Janvier/Fevrier 1983.
- 8/ C. CHAUSSIN - G. HILLY.
Elaboration des metaux, DUNOD 1974.
- 9/ J. BURKE.
La cinetique du changement des phases dans les metaux, MASSON et CIE, 1968.

SOMMAIRE

S O M M A I R E

	Page
INTRODUCTION	1
 CHAPITRE I . PARTIE TEORIQUE	
I - NOTIONS DE BASE DE LA DIFFUSION	4
I-1 DEFINITION DE LA DIFFUSION	4
I-2 IMPORTANCE DE LA DIFFUSION DANS LES PROCESSUS METALURGIQUES	4
I-3 THEORIE DE LA DIFFUSION	5
I-3-1 Lois de Fick	5
I-3-2 Loi d'Arrhénius	7
I-4 PRINCIPAUX MODES DE DIFFUSION	8
I-4-1 Diffusion en surface	8
I-4-2 Diffusion intergranulaire	8
I-4-3 Diffusion en volume	9
I-4-4 Diffusion polyphasée	9
I-5 TYPES DE DIFFUSION	10
I-5-1 Hétérodiffusion	11
I-5-2 Autodiffusion	11
I-5-3 Interdiffusion (diffusion chimique) ...	12
I-5-4 Interaction de éléments chimiques	13
I-6 IMPORTANCE DES DIFFERENTS FACTEURS DE LA DIFFUSION	14
I-6-1 Température	14
I-6-2 Durée	14
I-6-3 Pression	14
I-6-4 Etat de surface	14
I-6-5 Environnement	15

CHAPITRE II PARTIE EXPERIMENTALE

II.1	MATERIAUX UTILISES	17
II.2	DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX UTILISES	19
II.2.2	Four "TCR ADAMEL LHOMARGY ".....	19
II.2.2	Four "803 SAC et 804 SAC "	21
II.2.3	Four "LEYBOLD-HERAEUS "	23
II.2.4	Microduromètre VICKERS "Testwel "	23
II.3	MODE OPERATOIRE	24
II.3.1	Procédé d'assemblage	24
II.3.2	Traitements thermiques	26
	a/ choix des traitements thermiques	26
	b/ détail des différents traitements thermiques	27
II.3.3	Méthodes de caractérisation	30
	a/ microscopie optique	30
	b/ microdureté	31
CHAPITRE III	RESULTATS ET INTERPRETATIONS	32
III.1	PRESENTATION DES RESULTATS	33
III.2	ANALYSE DES RESULTATS	38
III.2.1	Influence des différents paramètres	38
	a/ Rôle de la transformation de phase	38
	b/ Rôle des paramètres thermomécanique et cinétique	46
	c/ Influence de l'environnement	46
	d/ Influence de l'état de surface	47
	e/ Interprétation de la bande ferritique	47
CONCLUSION	49
BIBLIOGRAPHIE	51
SOMMAIRE	52