

Universite des Sciences et de la Technologie

Houari Boumediene

5/83

Ecole Nationale Polytechnique

1EDX

Departement Mines et Metallurgie

MEMOIRE
DE FIN D'ETUDES

السكرتيرة
.....
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
BIBLIOTHEQUE

ETUDE DES CARBURES EXTRAITS
D'UN ACIER ALLIE EN FONCTION
DE STRAITEMENTS THERMIQUES

Sujet proposé par :

Mme WESTFAL

Etudié par :

DAIMELLAH . A

Promotion Juin 1983

Stockhol

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer à Madame WESTFAL ma plus vive reconnaissance pour l'aide et les conseils avertis qu'elle m'a donnés et grâce auxquels j'ai pu mener à bien ce travail.

Je voudrais adresser ma plus profonde reconnaissance à Monsieur E. SALHI, chef du département Mines et Metallurgie, pour sa compréhension et son aide.

J'exprime ma gratitude à tous les professeurs qui ont participé à ma formation au sein du département, particulièrement à Monsieur DESCHAMPS pour l'aide qu'il m'a apportée en radiocristallographie.

Mes remerciements à tous les techniciens du laboratoire central de la SONACOME de Rouiba qui n'ont pas ménagé leur peine pour m'aider dans la réalisation de ce projet, ainsi que Monsieur CHABANE qui m'a aimablement fourni l'acier qui est l'objet de cette étude.

Je voudrais enfin remercier tous les amis et proches qui m'ont soutenu durant ce travail.

T A B L E D E S M A T I E R E S
oo

INTRODUCTION.....	1
Chapitre I	
ETUDE PRELIMINAIRE SUR LES CARBURES DANS LES ACIERS ET DE LEUR EXTRACTION	3
I.1 <u>ACIERS A 12 % DE CHROME</u>	4
1.1 <u>ACIERS UTILISES</u>	4
I.2 <u>DIAGRAMME D'EQUILIBRE</u>	5
2.1 <u>DESCRIPTION GENERALE</u>	5
2.2 <u>INFLUENCE GENERALE DES ELEMENTS</u>	7
2.3 <u>ACTION DU CHROME</u>	7
I.3 <u>LES CARBURES</u>	9
3.1 <u>CLASSIFICATION DES CARBURES</u>	9
3.2 <u>LE CHROME DANS LES CARBURES</u>	12
3.3 <u>EFFETS CARACTERISTIQUES DES CARBURES SUR LES PROPRIETES DE L'ACIER</u>	13
I.4 <u>LES TRAITEMENTS THERMIQUES</u>	15
4.1 <u>AUSTENITISATION</u>	15
4.2 <u>LE RECUIT</u>	16
4.2.1 Recuit d'homogeneisation	16
4.2.2 Recuit d'adoucissement	16
4.2.3 Recuit de stabilisation	16
4.3 <u>LES TRAITEMENTS ISOTHERMES</u>	18

4.3.1	Diagramme TTT	18
4.4	<u>LES TRAITEMENTS DE REFROIDISSEMENT</u>	20
4.4.1	La trempe	20
4.4.2	Fluide de trempe	20
4.4.3	Trempabilité	21
4.4.4	Diagramme TRC	21
4.5	<u>LE REVENU</u>	22
I.5	<u>METHODES D'ISOLEMENT DES CARBURES DANS LES ACIERS</u>	23
5.1	<u>PROCEDES CHIMIQUES</u>	23
5.2	<u>PROCEDES ELECTROCHIMIQUES</u>	23
	Chapitre II	
	MATERIAU ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	25
II.1	<u>LE MATERIAU</u>	26
II.2	<u>TECHNIQUES EXPERIMENTALES</u>	30
2.1	<u>TRAITEMENTS THERMIQUES</u>	30
2.2	<u>EXTRACTION DES CARBURES</u>	32
2.3	<u>DOSAGE DU CHROME DANS LA MATRICE ET DANS</u> <u>LES CARBURES</u>	32
2.4	<u>MICROSCOPIE OPTIQUE</u>	33
2.4.1	Enrobage	33
2.4.2	Polissage	34
2.4.3	Attaque	34
2.5	<u>RADIOCRISTALLOGRAPHIE</u>	34

2.6	<u>DURETE</u>	35
2.6.1	Methode Brinell	37
2.6.2	Methode RockwellC	37
	Chapitre III	
	RESULTATS ET INTERPRETATIONS	38
III.1	<u>IDENTIFICATION DES CARBURES</u>	39
1.1	<u>PRINCIPE DE L'ANALYSE QUALITATIVE PAR LA</u> <u>METHODE DES POUDRES</u>	39
III.2	<u>RESULTATS EXPERIMENTAUX</u>	42
2.1	<u>ANALYSE QUALITATIVE DES CARBURES</u>	42
2.2	<u>ANALYSE QUANTITATIVE DES CARBURES</u>	51
2.3	<u>DETERMINATION DU COEFFICIENT DE PARTAGE</u>	
	<u>DU CHROME A L'ETAT RECUIT</u>	52
2.4	<u>RESULTATS COMPLEMENTAIRES</u>	53
2.4.1	Observation micrographique	53
2.4.2	Dureté	53
	CONCLUSION	56

-INTRODUCTION-

Les aciers à haute teneur en carbone, contenant une quantité importante de chrome (12%) appartiennent à la famille des aciers à outils.

Ils sont destinés au travail à froid, leurs applications sont diverses, telles que poinçons, cisailles, cylindres de laminaires, etc...

Dans ces conditions les parties de l'outil au contact de la pièce à usiner sont soumises à des échauffements et à des abrasions sévères. C'est pour résister à de telles conditions de travail, que ces aciers contiennent une telle teneur en chrome, qui alliée à une haute teneur en carbone, forme des carbures très durs qui confèrent à l'acier une dureté ainsi qu'une résistance à l'abrasion, élevées.

La structure de l'acier, la composition des constituants subissent des modifications au cours des traitements thermiques. Ces facteurs exercent une influence sur les propriétés mécaniques et physiques.

Le but de notre étude est de suivre donc l'évolution des carbures en fonction des différents traitements thermiques. L'acier utilisé est l'acier Z 200 C 12. Il contient 2% de carbone et 12% de chrome environ

Notre travail étant consacré à l'étude des carbures extraits de l'acier suivant les différents traitements thermiques. Le premier chapitre est un bref rappel bibliographique sur la famille de l'acier considéré, les carbures et leurs propriétés, les différents traitements thermiques, et les méthodes d'isolement des carbures dans les aciers.

Le second chapitre est consacré au matériau et aux méthodes expérimentales.

Dans le troisième chapitre, nous avons regroupé les résultats obtenus après les études micrographique, diffractométrique, chimique et de dureté.

Un accent particulier a été mis sur l'extraction des carbures et leur analyse par diffractométrie, ce qui nous a permis de suivre l'évolution qualitative de ces derniers au cours des divers traitements thermiques.

—oo—

CHAPITRE I

ETUDE PRELIMINAIRE SUR
LES CARBURES DES ACIERS
ET DE LEUR EXTRACTION

I.1 ACIERS A 12% DE CHROME

1.1 ACIERS UTILISES

Ces aciers contiennent tous une grande quantité de chrome (12%) qui, en presence de teneurs élevées en carbone (1,6 à 2%) forme une grande quantité de carbures nettement plus durs que la cementite conferant à l'acier une très bonne resistance à l'usure .

Le chrome donne à l'acier une bonne trempabilité, mais elle n'est pas assez suffisante pour tremper les outils de taille importante à l'air. Ils doivent se tremper à l'huile, ce qui aggrave les risques de tapures.

L'adjonction de tungstene ou de molybdene (0,8%environ) permet à l'acier de tremper à l'air dans des sections pouvant atteindre 60 mm de diametre ou plus.

Les propriétés très interessantes de cette categorie d'aciers rendent leur possibilité d'emploi très larges dans le travail à froid.

Les principales utilisations sont:

- Les scies à metaux, les fraises, lames de cisailles à froid, filiere d'etirage à froid, mâchoires à rouler les filets de vis, matrices d'emboutissage, petits cylindres de laminage à froid, etc...

La grande variété de nuances peut se repartir comme suit:

- Des nuances à environ 2% de carbone, avec ou sans elements d'alliage (W, Mo, V) : la teneur de ces elements est inferieure à 1%. La nuance type est la nuance Z 200 C 12 .
- Des nuances à environ 1,6% de carbone, contenant en outre les elements Mo, V et / ou W.

Comme pour le groupe precedent , la teneur en ces elements est inferieure à 1% ; La nuance type est la nuance Z 160 CDV 12.

-I.2 DIAGRAMME D'EQUILIBRE-

2.1. DESCRIPTION GENERALE

Le diagramme d'équilibre labile ou fer-cementite permet de décrire les structures des aciers normalisés. Comme le montre la figure (1) on distingue sur ce diagramme restreint au domaine des aciers à l'état solide, des limites ou frontières delimitant dans le plan température-composition un certain nombre de domaines à l'intérieur des quels sont stables à l'équilibre soit une seule phase, soit un mélange de deux phases, l'oustenite, la ferrite, et la cementite représentent les trois phases du diagramme fer-cementite.

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

La ferrite (α) apparaît au dessous de la ligne GS au refroidissement. Elle dérive du fer alpha de structure cubique centré. La solubilité du carbone yest très faible. La ferrite est un constituant de faible dureté (80HB), de faible résistance, mais très ductile et très résistant au choc.

La cimentite Fe_3C est un composé de dureté élevée. Elle cristallise dans le système orthorombique. Elle est un des constituants de la perlite. La perlite est le mélange eutectoïde des aciers. La cementite se trouve sous forme de lamelles alternées avec celles de la ferrite.

La ligne horizontale correspondant au palier eutectoïde est appelée A_1 et la ligne séparant le domaine biphasé du domaine monophasé est appelée A_3 . Au chauffage d'un acier hypoeutectoïde les points de transformations correspondant aux lignes A_1 et A_3 sont appelés Ac_1 et Ac_3 et au refroidissement Ar_1 et Ar_3

6

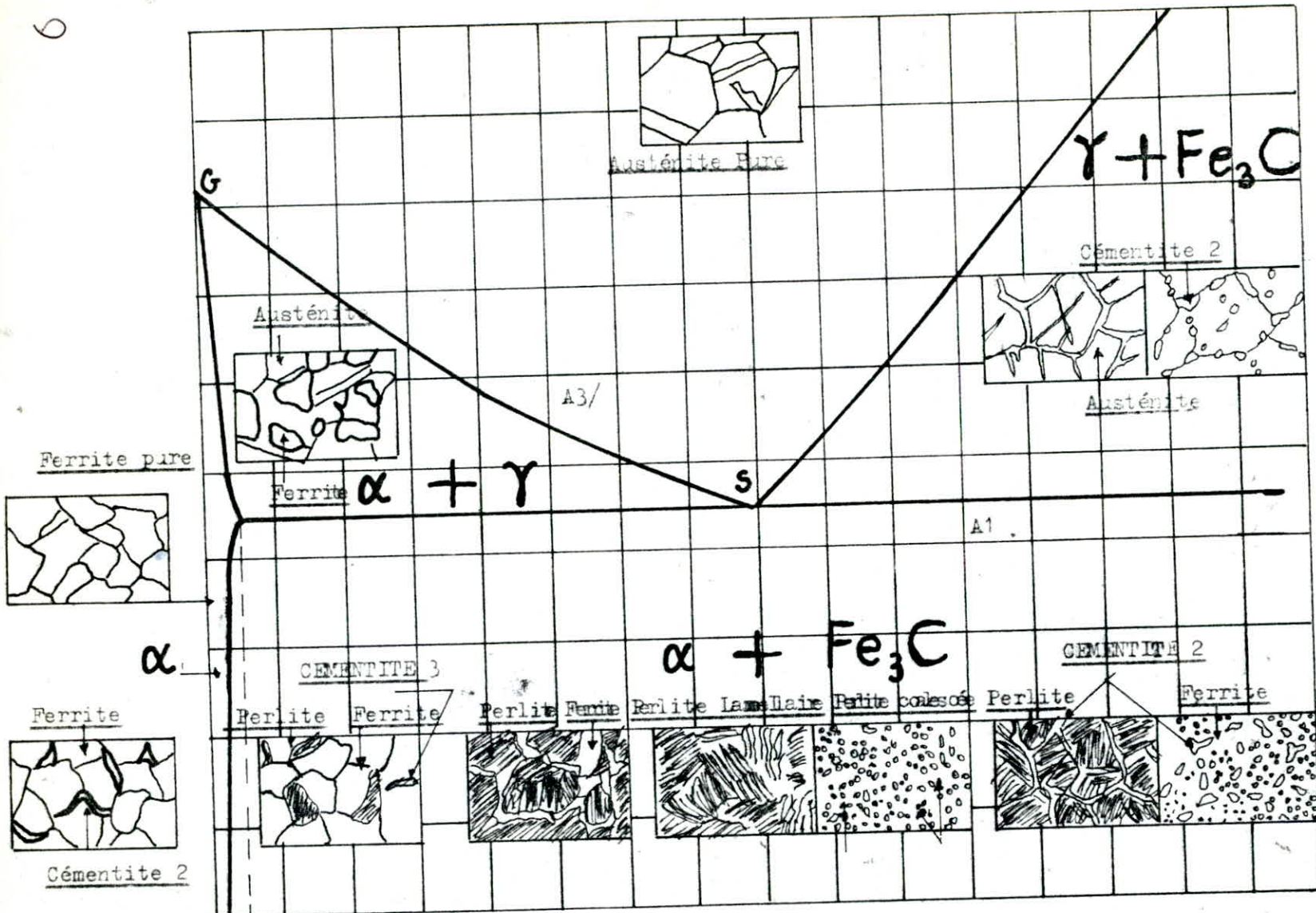


FIG:- 1 / DIAGRAMME D'EQUILIBRE FER-CEMENTITE DANS LES ACIERS

- 2.2 INFLUENCE GENERALE DES ELEMENTS D'ADDITION

Les éléments d'addition modifient la nature des phases et leur domaine d'existence. Certains d'entre eux (Ni, Mn, Ca, ...) étendent le domaine de l'austénité, ce sont des éléments dits gammagènes.

D'autres tendent à le réduire au profit du domaine ferritique, (Si, Cr, Mo, W, V, ...), ce sont des éléments dits alphagènes.

Les éléments d'alliage agissent également sur :

-La vitesse des transformations : tous sauf le cobalt ralentissent ces transformations.

-La nature des carbures : un certain nombre d'éléments d'alliage (Cr, Mo, W, V) forment eux même avec le carbone des carbures, ces éléments sont dits carburigènes, Les carbures, alliés ainsi formés sont plus stables et plus durs que la cémentite.

-La température eutectoïde : Les éléments gammagènes l'abaissent, les éléments alphagènes au contraire l'augmentent.

-La concentration en carbone de l'eutectoïde : tous les éléments d'additions l'abaissent et en particulier ceux qui sont fortement carburigènes.

- 2.3. ACTION DU CHROME-

Le chrome est l'un des principaux éléments d'alliage de l'acier. Il est utilisé dans la plupart des aciers à outils, en quantité allant de 0,5 à 17% Cet élément alphagène joue un rôle important dans l'augmentation de la trempabilité. Même en très faible teneur dans l'acier, en présence d'additions de Mn ou de Ni, il augmente très nettement la pénétration de trempe.

Bien qu'ayant un pouvoir carburigène inférieur à celui du tungstène, il forme des carbures de type M_7C_3 qui sont plus durs que la cémentite. Ils participent à la résistance à l'abrasion et s'opposent au grossissement du grain lors de l'austénitisation.

Malgré l'augmentation de dureté donnée par le chrome à l'acier la fragilité n'est pas augmentée, ce qui constitue un très grand avantage.

Il provoque par ailleurs un certain retard à l'adoucissement pendant le revenu, ce qui améliore la résistance à chaud.

Il entraîne également une très forte réduction de l'oxydation à haute température.

—oo—

13 LES CARBURES

3.1 CLASSIFICATION DES CARBURES

La plupart des métaux forment avec le carbone un ou plusieurs composés définis nommés "carbures". Les métaux diffèrent grandement dans leur tendance à former des carbures. Les métaux rares et les métaux nobles Ag, Pd, Rh, Ru, Au, Pt, Ir et Os ont une tendance nulle.

Cu, Ni, Co, Fe ont une faible aptitude à donner des carbures. Ainsi le fer forme avec le carbone un composé du type Fe_3C connu sous le nom de cémentite.

Au contraire Cr, V, Ti, Mo, Nb, Zr, W, Ta, Hf ont une forte aptitude à donner des carbures. Ces carbures diffèrent de la cémentite, tant par leurs teneurs en les différents éléments qui composent l'acier, que par leur structure cristalline.

L'affinité pour le carbone de ces différents métaux, peut être appréciée à l'aide du point de fusion et de la dureté, $Cr_{23}C_6$ fond à $1550^{\circ}C$, W_2C à $2857^{\circ}C$, TaC et HfC à $3880^{\circ}C$.

Le tableau 1 recense les principaux carbures, rencontrés dans les aciers à outils ainsi que leur stabilité et leur dureté.

A. Gouliakov a démontré que l'activité carburigène de ces éléments est d'autant plus grande et la stabilité des carbures à la dissociation et à la dissolution par chauffage dans l'austénite est d'autant plus grande que la sous-couche d du métal de transition est moins complète, ainsi le Ni et le Co qui ont une sous-couche d plus complétée par les électrons que le fer, ne forment pas de carbures dans l'acier.

Goldschmidt a proposé une classification de ces carbures qui tient compte à la fois de leur réseau cristallographique, et de la position du métal qui les compose dans le tableau périodique de Mendeleev (fig 2) .

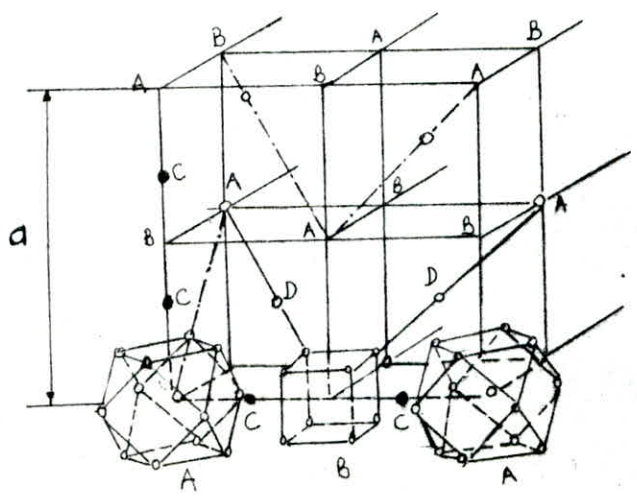
Carbures	Elements principaux	Stabilité	Dureté HV
M_3C	Fe	Mediocre	850
$M_{23}C_6$	Cr	Moyenne	1200
M_7C_3	Cr	Moyenne	1400-1500
M_6C	W, Mo	Forte	1500
M_2C	W, Mo	Forte	2000
MC	V	Très forte	3000
M(métal) peut être remplacé par n'importe quel métal, en particulier par ceux de la colonne de droite			

tabl 1: Stabilité et dureté des carbures métalliques pouvant entrer dans la composition des aciers

TiC	VC-V ₄ C ₃	Cr ₂₃ C ₆	Mn ₂₃ C ₆	Fe ₃ C	Co ₃ C	Ni ₃ C
		Cr ₃ C ₂	Mn ₃ C	Fe ₂ C		
ZrC	NbC-Nb ₄ C ₃	Mo ₂ C	<div style="display: flex; align-items: center; gap: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; width: 20px; height: 10px; margin-right: 5px;"></div> CUBIQUE <div style="border: 1px solid black; width: 20px; height: 10px; background: repeating-linear-gradient(45deg, transparent, transparent 2px, black 2px, black 4px); margin-right: 5px;"></div> ORTHOROMBIQUE <div style="border: 1px solid black; width: 20px; height: 10px; background: repeating-linear-gradient(-45deg, transparent, transparent 2px, black 2px, black 4px); margin-right: 5px;"></div> HEXAGONAL </div>			
HfC	TaC	W ₂ C				
	Ta ₂ C	WC				

FIG:- 2 / CLASSIFICATION DES CARBURES

d'après : H. GOLDSCHMIDT



- ATOMES METALLIQUES ET A, B ou D
- ATOMES DE CARBONE EN C.

FIG:- 3 / STRUCTURE DU CARBURE CR₂₃ C₆

3.2 LE CHROME DANS LES CARBURES

Suivant Goldschmidt, il faut considérer le chrome, élément qui appartient au groupe , comme une sorte d'élément intermédiaire dont le comportement le rattache à la fois au tungstène et au molybdène et aux derniers éléments de la première série de transition, le Ni et le Co.

Le chrome diffère du molybdène et du tungstène dans ce sens qu'il ne donne pas lieu à la formation d'un carbure ternaire avec le fer, mais qu'il est légèrement soluble dans la cémentite, jusqu'à 15% de chrome.

Il forme trois carbures :

- Cr_{23}C_6 de structure cubique complexe
- Cr_7C_3 de structure hexagonale
- Cr_3C_2 de structure orthorhombique

Chacun de ces carbures pouvant admettre en solution une quantité importante de fer; L'étendue de la solubilité du fer dans Cr_7C_3 est même si grande qu'elle empêche le troisième carbure d'apparaître en équilibre avec la ferrite.

Le carbure Cr_{23}C_6 , a une structure cubique complexe comme le montre la fig 3 .

La maille , de paramètre $a = 10,53 - 10,66 \text{ \AA}$ contient 92 atomes métalliques.

Elle peut être divisée en 8 sous-cubes dont les coins seraient occupés alternativement par des groupes d'atomes, disposés de sorte qu'ils évoquent la forme d'un cubo-octaèdre, et des groupes d'atomes assemblés en forme de cube. Enfin un atome occupe encore le centre de chacun des huit sous-cubes.

Dans Cr_{23}C_6 les atomes de carbone qui sont au nombre de 24 sont placés sur les arêtes du cube principal, entre chacun des cubo-octaédres et des cubes, ainsi chaque atome de carbone a huit atomes métalliques voisins .

Le carbure Cr_{23}C_6 admet en solution aussi bien du tungstène que du molybdène, et l'on rencontre des carbures complexes du type $(\text{Cr}, \text{Fe}, \text{W}, \text{Mo})_{23}\text{C}_6$. Seuls les huit atomes de chrome occupant les centres des sous-cubes de la maille élémentaire de Cr_{23}C_6 peuvent être remplacés par des atomes de tungstène ou de molybdène, soit 8 atomes sur 92, ce qui limite considérablement les possibilités d'existence de ces carbures complexes .

En présence d'un excès de tungstène le carbure $\text{Fe}_4\text{W}_2\text{C}$ apparaît immédiatement (ou $\text{Fe}_4\text{Mo}_2\text{C}$ en présence d'un excès de molybdène).

Dans Cr_{23}C_6 , des atomes de fer peuvent se substituer aux atomes de chrome et l'on obtient un carbure complexe du type $(\text{Fe}, \text{Cr})_{23}\text{C}_6$.

Toutefois si sa composition dépasse 30% de fer, ce carbure disparaît au profit du carbure de fer Fe_3C sauf en présence de W ou de Mo .

Cette particularité de $(\text{Cr}, \text{Fe}, \text{W}, \text{Mo})_{23}\text{C}_6$ est attribuée au fait que les atomes de fer sont plus petits que les atomes de chrome, de sorte que la maille serait trop déformée, si les atomes de tungstène ou de molybdène ne venaient lui redonner des dimensions normales, et ainsi davantage d'atomes de fer peuvent se substituer aux atomes de chrome, et même ces derniers peuvent être entièrement remplacés par des atomes de fer.

On obtient alors un carbure de composition $\text{Fe}_{21}\text{W}_2\text{C}_6$ ou $\text{Fe}_{21}\text{Mo}_2\text{C}_6$, de même réseau cristallin que Cr_{23}C_6 :

3.3 EFFETS CARACTERISTIQUES DES CARBURES SUR LES PROPRIETES DE L'ACIER

Les principales caractéristiques des éléments à carbures, sont

les suivantes :

- Les carbures speciaux se dissolvent difficilement dans l'austenite lors du chauffage precedant la trempe, ainsi les particules de carbures non dissoutes empêchent le grossissement du grain.

- Les carbures permettent à l'acier d'être chauffé à des temperatures elevees sans risque de grossissement. La finesse du grain d'austenite confere une bonne resilience aux produits detransformation. Si le grain est très fin, les surfaces de joints sont importantes : la probabilité de germination est accrue et la trempabilité diminue, puisque la majorité des germes de transformation se forment dans les joints de grain austenitique.

- Les carbures speciaux sont plus durs que la cementite. Il en resulte que lorsque la structure contient un excès de carbures non dissous, ceux-ci augmentent la resistance à l'usure.

- Les carbures speciaux mis en solution dans la martensite par trempe se reforment plus difficilement en cristaux precipités, ce qui retarde l'adoucissement de l'acier trempé, qui est ainsi reporté à une temperature plus elevee.

I.4 LES TRAITEMENTS THERMIQUES

Par traitement thermique, on entend toute operation qui fait subir à l'acier un cycle thermique contrôlé en vue de lui conferer une structure, donc des propriétés mecaniques adaptées au but recherché.

Les traitements thermiques agissent sur la constitution de l'alliage et sa structure: forme allotropique du fer, etat du carbone (dissous ou sous forme de carbures), grosseur du grain .

Ils agissent également sur l'etat mecanique de l'acier en supprimant les contraintes residuelles introduites par les operations mecaniques ou thermiques anterieures et introduction de nouvelles contraintes (contraintes de trempe).

Les traitements thermiques usuels sont des combinaisons des traitements élémentaires suivants: le recuit, la trempe, et le revenu.

4.1 AUSTENITISATION

L'austénitisation comporte un chauffage à une température correspondant au domaine austenitique, et un maintien isotherme pendant un temps assez long pour permettre l'homogeneisation de l'austenite.

Dans les aciers à outils, en raison de la presence de carbures alliés qui se dissolvent beaucoup plus difficilement que la cementite, l'homogeneisation est rendue plus difficile, exigeant des chauffages à des temperatures plus élevées pendant des durees plus longues.

Pour eviter le grossissement du grain, la temperature d'austenitisation choisie generalement est la plus basse possible.

Tant que les carbures ne sont pas dissous, la croissance du grain austenitique est bloquée. On se place dans de telles conditions pour limiter la taille des grains et ainsi diminuer la fragilité.

4.2 LE RECUIT

Ce traitement consiste en un chauffage à température élevée, un maintien prolongé puis un refroidissement très lent, qui permet d'amener l'acier dans un état d'équilibre.

Il confère à l'acier une faible résistance mécanique (dureté, résistance à la rupture et limite d'élasticité) et une haute ductilité (allongement, résilience) qui favorisent sa mise en œuvre.

Suivant les effets à réaliser on peut distinguer plusieurs types de recuits.

4.2.1 Recuit d'homogénéisation

Son but est de diminuer l'hétérogénéité chimique et structurale d'une pièce brute de coulée. Pour permettre la diffusion des éléments et ainsi remédier à ces hétérogénéités. Sa température est élevée ($A_{c3} + 200^{\circ}\text{C}$).

4.2.2 Recuit d'adoucissement

Il a pour but de conférer à l'acier une structure donnant une faible dureté, ceci pour faciliter l'usinage ou la déformation.

Dans le cas des aciers à outils, qui ont une teneur élevée en carbone généralement, l'adoucissement maximum est atteint par l'obtention d'une structure globulaire. La globularisation peut être obtenue de plusieurs manières:

- chauffage un certain temps juste au dessus de A_{c1} et recristallisation isotherme juste au dessous de A_{c1} .

Cet traitement est appelé recuit isotherme (fig 4b).

- par un maintien à une température supérieure à A_{c1} (de 780 à 850°C suivant les aciers) suivi d'un refroidissement très lent au moins jusqu'à 550°C . Ce traitement est appelé recuit complet (fig 4a).

4.2.3 Recuit de stabilisation

Il est destiné à minimiser les déformations lors de la trempe

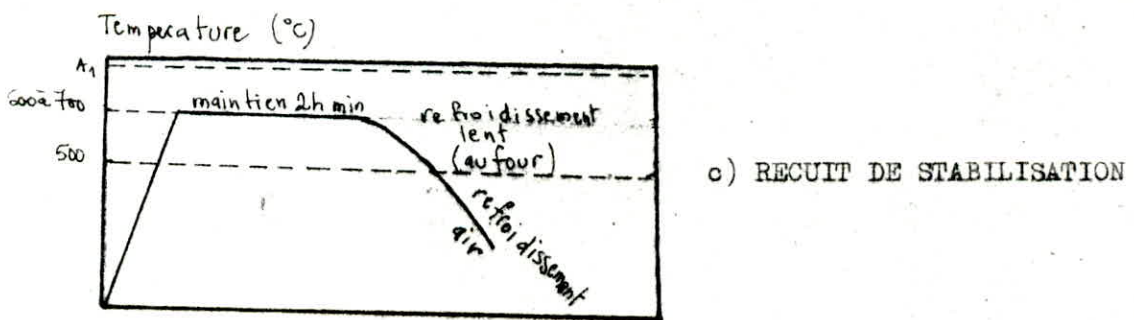
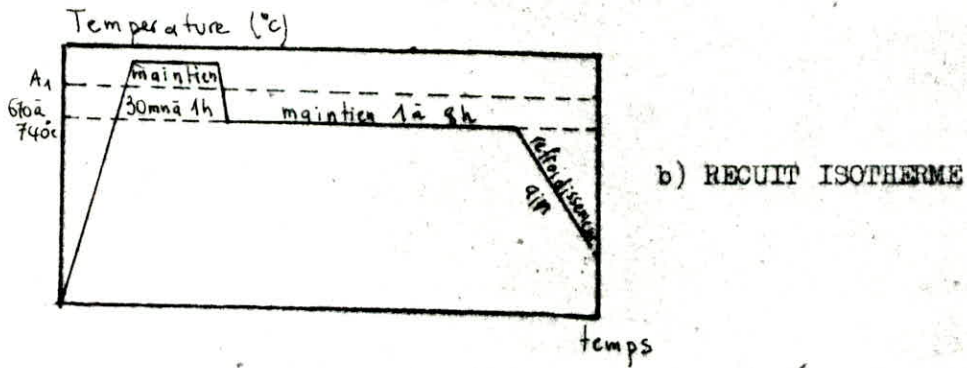
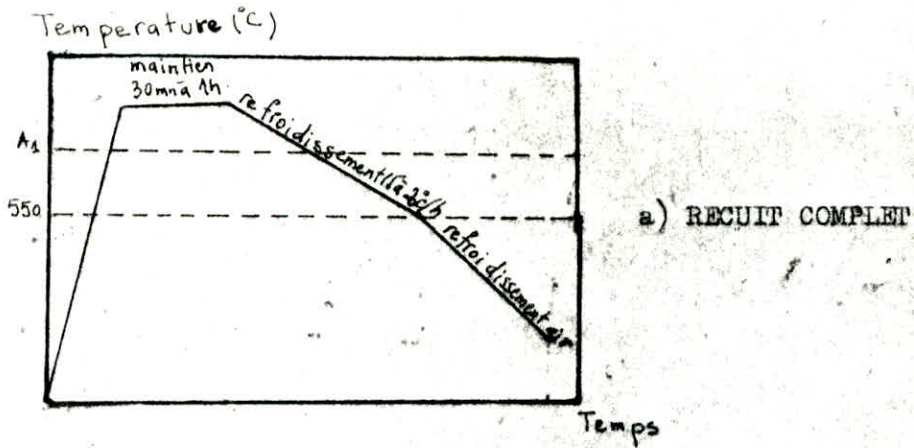


Fig 4: CYCLES THERMIQUES DES RECUITS

ulterieure en eliminant les contraintes residuelles produites par la solidification, le refroidissement, la deformation à froid et les traitements thermiques. Il se pratique en dessous de A_{c1} , pour l'ensemble des aciers d'outillage, la temperature usuelle se situant entre 600 et 700°C (fig 4c)

4.3 LES TRAITEMENTS ISOTHERMES

Les traitements isothermes permettent l'etude separée de trois types de transformation : perlitique, bainitique, et martensitique .

La realisation de l'etude demande une austenitisation prealable, un refroidissement brutal jusqu'à la temperature de traitement, un maintien isotherme pendant un certain temps, durant lequel on etudie le pourcentage d'austenite transformée en fonction du temps.

4.3.1 Diagramme TTT

Le diagramme des courbes "Temperature- Temps- Taux de transformation " (TTT), est obtenu en reportant sur un même graphique les points

Les courbes TTT representent les debut et fin de transformation et la proportion de chaque phase en presence .

La lecture des courbes TTT se fait toujours horizontalement, c'est à dire à temperature constante .

La courbe TTT de l'acier Z 200 C 12 (fig 5) montre :

-Le deplacement des courbes de transformation vers la droite, c'est à dire que les transformations sont devenues plus lentes, consequence de la presence d'elements d'alliage tels le chrome, qui ralentissent les transformations .

-La separation très nette des regions perlitique et bainitique. Ces deux domaines sont separés par une zone d'austenite de stabilité élevée .

Austenitisé à 950°C 30 mn.

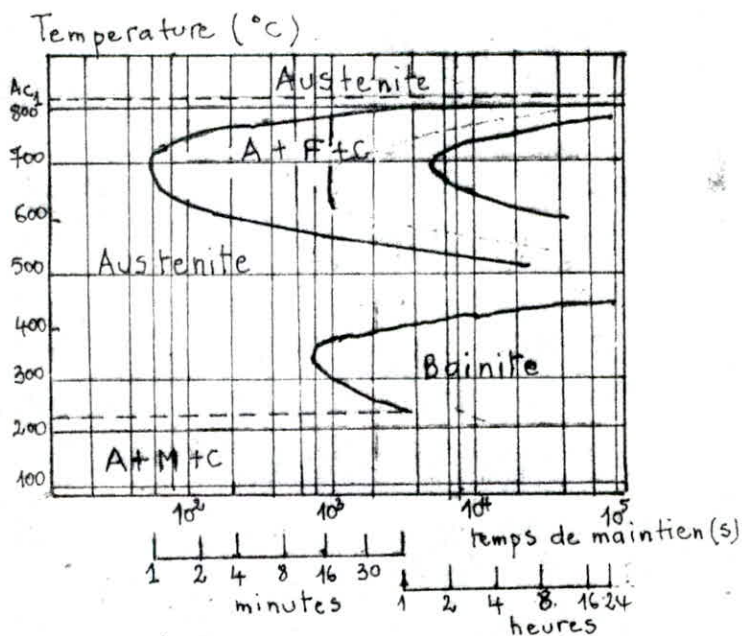


Fig. 5: COURBE TTT DE L'ACIER Z 200 C12.

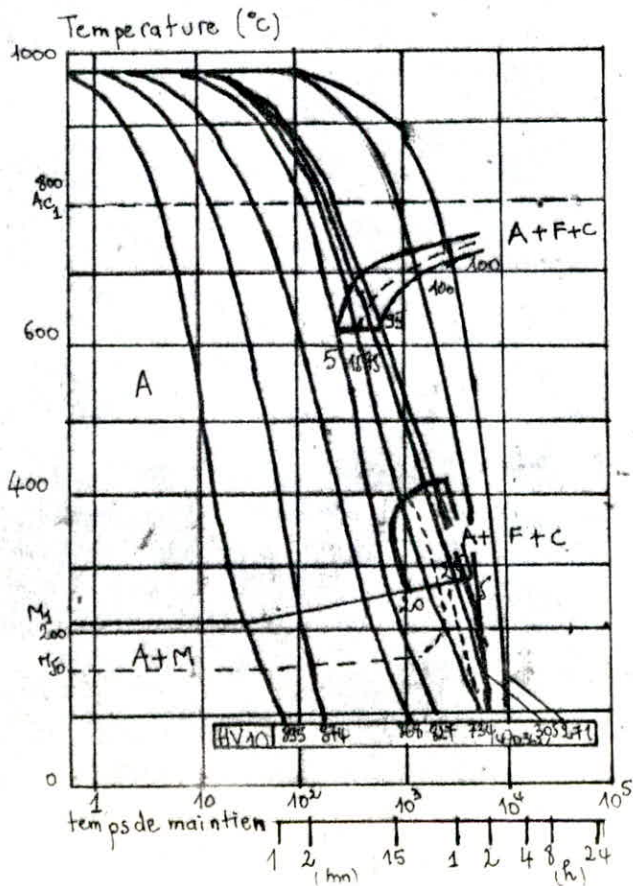


Fig. 6: COURBE TRC DE L'ACIER Z 200 C12

4.4 LES TRAITEMENTS DE RE FROIDISSEMENT

Le refroidissement est à la base de tous les traitements thermiques.

4.4.1 La trempe

La trempe des aciers a pour objet de provoquer le durcissement par transformation de l'austenite en martensite au cours du refroidissement depuis la température d'austenitisation et cela dans la grande partie possible de la section de la pièce.

4.4.2 Fluide de trempe

Selon la vitesse de refroidissement à atteindre pour avoir formation de martensite, on utilise des milieux de trempe de conductibilité thermique appropriée.

Les bains de trempe les plus employés dans l'ordre décroissant des pouvoirs refroidisseurs sont : l'eau, les solutions aqueuses, l'huile et l'air.

La trempe dans ces bains comporte trois périodes :

1) refroidissement pelliculaire qui forme à la surface de l'acier une gaine de vapeur. Durant cette période la vitesse de refroidissement est relativement faible.

2) ébullition survenant lors de la rupture de la gaine de vapeur.

La surface se refroidit à une température inférieure à la température critique. C'est une période d'évacuation rapide de la chaleur.

3) échange de chaleur par convection, qui correspond aux températures inférieures à la température d'ébullition de l'agent refroidisseur. La vitesse d'évacuation de la chaleur est minimale.

4.4.3 Trempabilité

La trempabilité de l'acier est son aptitude à subir la transformation martensitique lors de la trempe. Plus la trempabilité est élevée, plus l'acier peut durcir en profondeur.

La trempabilité est directement liée à la vitesse critique de trempe, qui est la vitesse minimale de refroidissement pour la formation de la martensite: plus cette vitesse est faible, plus la trempabilité est élevée.

En pratique la vitesse critique de trempe dépend essentiellement:

- de la composition chimique de l'acier, tous les éléments d'alliage sauf le cobalt tendent à augmenter la trempabilité.
- des conditions d'austenitisation, et de la taille du grain austenitique. En général l'augmentation de la température et du temps d'austenitisation s'accompagne d'une augmentation de la trempabilité.
- Le mode de refroidissement sera choisi le moins sévère possible pour diminuer les déformations en restant compatible avec la nécessité d'obtenir une trempe suffisante de l'outil ou de la pièce.

4.4.4 Diagramme TRC

Le diagramme des courbes "Transformation et Refroidissement Continu" (TRC), est obtenu en rassemblant sur un même graphique les points de transformations obtenus pour diverses vitesses de refroidissement (fig 6).

On lit par superposition sur le diagramme TRC les températures de début et de fin de transformation éventuelle, la nature des constituants obtenus, la proportion d'austenite transformée et la dureté résultante. Les courbes TRC sont donc parfaitement adaptées pour prévoir les caractéristiques mécaniques et structurales d'un acier à l'issue d'un traitement de refroidissement.

4.5 LE REVENU

La trempe martensitique confere à l'acier une dureté élevée, mais le rend nettement fragile. Elle doit donc impérativement être suivie d'un revenu, qui consiste en un chauffage et un maintien à une température inférieure à A_1 .

Dans le cas des aciers à outils, le revenu a généralement pour effet de :

- réduire au maximum les contraintes résiduelles créées durant la trempe .
- réduire la fragilité de la martensite par précipitation de fins carbures.
- destabiliser tout ou partie de l'austénite résiduelle en la faisant évoluer vers l'état bainitique ou martensitique à partir de températures moyennement élevées.

Le revenu permet ainsi de réduire la fragilité de l'acier et d'assurer une bonne stabilité dimensionnelle des outils .

I.5 METHODES D'ISOLEMENT DES CARBURES DANS LES ACIERS

Ces methodes d'isolement se proposent d'isoler les carbures , après dissolution de la matrice metallique.

Cette separation permet de soumettre ces carbures à une analyse quantitative et qualitative.

Les procedés utilisés se classent en deux groupes :

- procedés chimiques.
- procedés electrochimiques

5.1 PROCEDES CHIMIQUES

Ils sont basés sur le fait que le fer, c'est à dire la matrice metallique, est attaquée par les acides (H_2SO_4 , HCl) dilués ou concentrés, alors que les carbures eux ne se dissolvent pas et restent ainsi sous forme de petits grains noirs dans la solution après dissolution de l'échantillon d'acier.

5.2 PROCEDES ELECTROCHIMIQUES

Le principe de la separation electrolytique est simple:

Par attaque anodique, la partie purement metallique de l'acier est dissoute tandis que les particules non metalliques restent et sont recuperées sur la surface metallique et au fond de la cellule d'electrolyse.

Les premieres experiences portant sur la separation electrolytique sont celles d'OSMOND (1888) concernant la cementite, puis celles de BENEDICKS.

C'est SUNDERMANN, sous l'impulsion de KOCH qui le premier fit intervenir les potentiels de dissolution .

Pour l'isolement potentiocinétique des carbures on utilise, une cellule d'électrolyse KOCH-SUNDERMANN .

Le tracé des courbes de polarisation $I=f(E)$ est réalisé à l'aide d'ensembles potentiocinétiques, comprenant un potentiostat, un pilote, un millivoltmètre, un milli-amperemètre et un enregistreur XY.

L'échantillon est de forme cylindrique.

Les électrolytes comportent un agent complexant (acide citrique, tartrique; KCl,...) et un agent corrodant (HCl, H_2SO_4 , H_3PO_4).

La séparation et la récupération des phases présentes dans les résidus nécessitent l'emploi de matériel divers: électro-aimant, appareils de filtration ou de centrifugation.....

CHAPITRE II

M A T E R I A U E T T E C H N I Q U E S

E X P E R I M E N T A L E S

II.1 LE MATERIAU

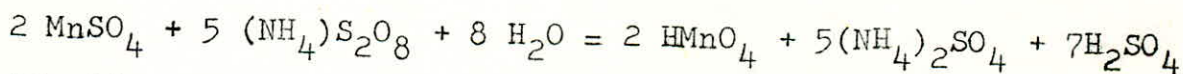
L'acier étudié nous a été aimablement fourni par la SONACOME de Rouiba. Il est utilisé au CVI pour fabriquer des outillages de forge, poinçons, pointes de tour et machine .

Les échantillons sur lesquels nous avons travaillé ont été prélevés d'une barre de 50 mm de diamètre et se présentent sous forme de petits cylindres de 12 mm de hauteur .

La composition chimique de l'acier a été déterminée par analyse chimique et spectrométrique .

Le chrome et le manganèse ont été dosés par volumétrie .

Le dosage du manganèse est effectué de la manière suivante :
 - une prise d'essai de 0,2 g est dissoute dans 12 à 15 ml de mélange d'acides . Les ions Mn^{++} formés sont oxydés en anions MnO_4^- par le persulfate d'ammonium . La réaction a lieu en présence d'un catalyseur qui est le nitrate d'argent $AgNO_3$, les substances en question étant chauffées .



L'acide permanganique formé est titré par une solution d'arsénite de sodium Na_3AsO_3 .

Le silicium se trouve dans la solution sous forme de petits cristaux blancs . Il est filtré, puis calciné à $800^\circ C$.

On pèse la silice obtenue, et l'on a directement la masse de silicium, grâce à un tableau, la masse du silicium en fonction de celle de la silice .

Le molybdène est dosé par spectrophotométrie . Le molybdène est mis en solution par l'acide perchlorique $HClO_4$. (solution mère) .

Le molybdene est dosé par mesure de l'intensité de la coloration du complexe du molybdene avec les ions sulfo - cyanure, le fer étant réduit à l'état ferreux, et le Mo à la valence 5 par l'action ménagée du chlorure stanneux .

La présence de Ti à la valence 4 a pour effet de rendre rapide et complète la réduction du fer à l'état ferreux ,

La longueur d'onde utilisée est $\lambda = 4600 \text{ \AA}$

Mode opératoire:

On remplit 2 petites cuves en verre special, l'une avec le témoin et l'autre avec la prise d'essai.

<u>témoin</u>	<u>essai</u>
10 cc SnCl ₂	10 cc SnCl ₂
10 cc TiCl ₃	10 cc TiCl ₃
45 cc Solution de fer	45 cc de Solution de fer
	10 cc SCN(NH ₄)
10 cc de solution mère	10 cc de solution mère

dilution avec H₂O , laisser 10mn pour avoir l'homogenisation de la solution , puis executer l'analyse

La teneur en carbone de l'acier a été déterminée grâce à un appareil électronique de marque LECO.

Le principe du dosage est le suivant:

On a la combustion d'un échantillon de l'acier sous forme de copeaux, dans un four à induction sous un courant d'oxygene, puis dosage du CO₂ formé .

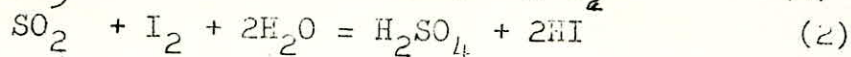
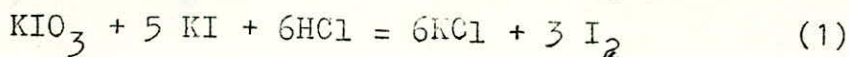
Le resultat est donné par affichage numérique .

Le dosage du soufre se fait aussi avec un appareil de marque LECO.

Le four a le même principe de fonctionnement que celui du doseur de carbone.

Le gaz formé arrive dans l'appareil qui sert de doseur de soufre, où il y'a présence de molécules d'iode.

Les reactions sont les suivantes :



Avant l'arrivée du gaz , du fait de la presence de molécules d'iode, on a une couleur bleue qui est prise comme reference par une cellule photoelectrique . Lorsque le SO_2 arrive dans l'appareil, la reaction (2) se produit, et l'on a disparition de la coloration, d'ue à la disparition des molecules d'iode . Une vanne automatique laisse s'écouler une quantité KIO_3 necessaire pour avoir la coloration de depart.

Le resultat est donné par la lecture sur la burette automatique directement graduée en % de soufre .

Les autres elements ont été analysés grâce au spectrometre du laboratoire de la fonderie du CVII

Le spectrometre est un appareil qui donne la composition de l'échantillon en captant les raies spectrales des elements, à la suite de l'émission provoquée par l'excitation de l'échantillon par une tension élevée .

Les analyses ont donné la composition chimique suivante:

- C = 2,15%
- Mn= 0,36%
- Si= 0,38%
- P = 0,024%
- S = 0,0166%
- Ni= 0,174%
- Cr= 12,18%
- Mo= 0,147%
- Al= 0,015%
- Mg= 0,027%
- Cu= 0,112%
- Pb= 0,02%

L'observation microscopique de l'acier à l'état recuit révèle une structure formée d'une matrice ferritique dans laquelle sont distribués de fins et de gros carbures .

Les gros carbures qui se forment dès la solidification sont insolubles à toutes températures dans l'austénite.

Les particules fines de carbures représentent la portion de carbone qui s'est dissoute dans l'austénite lors de l'opération de forgeage, puis a précipité pendant le refroidissement de recuit, sous forme de petites particules dispersées .

II.2 TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Les techniques experimentales mises en oeuvre pour etudier les carbures d'un acier sont:

-Les ^{methodes} qui permettent l'extraction de ces carbures de l'acier, comme les procedés chimiques de separation de phases ,

-Les methodes qui permettent leur etude, après leur separation, tant qualitative que quantitative, comme la radiocristallographie, l'analyse par spectrometrie d'absorption atomique, ou la micrographie.

2.1 TRAITEMENTS THERMIQUES

Des traitements thermiques classiques ont été réalisés sur des eprouvettes circulaires de 50 mm de diametre et 12 mm d'epaisseur. Nous avons austenitise 3 eprouvettes à 980°C, puis elles ont été trempées à l'air, du fait de leur faible dimension et de la bonne trempabilité de l'acier étudié.

Une eprouvette a été gardée à l'etat trempé, les deux autres ont subi un revenu ,l'une à 200°C,l'autre à 600°C .

Ces traitements thermiques ont été effectués dans un four de marque ETR (fig 7), qui a été mis aimablement à notre disposition au laboratoire central du CVI de Rouiba.

Ce four très compact est essentiellement constitué:

- du four lui même, avec son laboratoire de travail
- du bloc commande-regulation sur lequel repose le four
- d'un regulateur de temperature

Les resistances electriques sont montées sur 4 plaques chauffantes en ceramique specialeformant le fond,la voûte et les deux parois laterales du laboratoire.

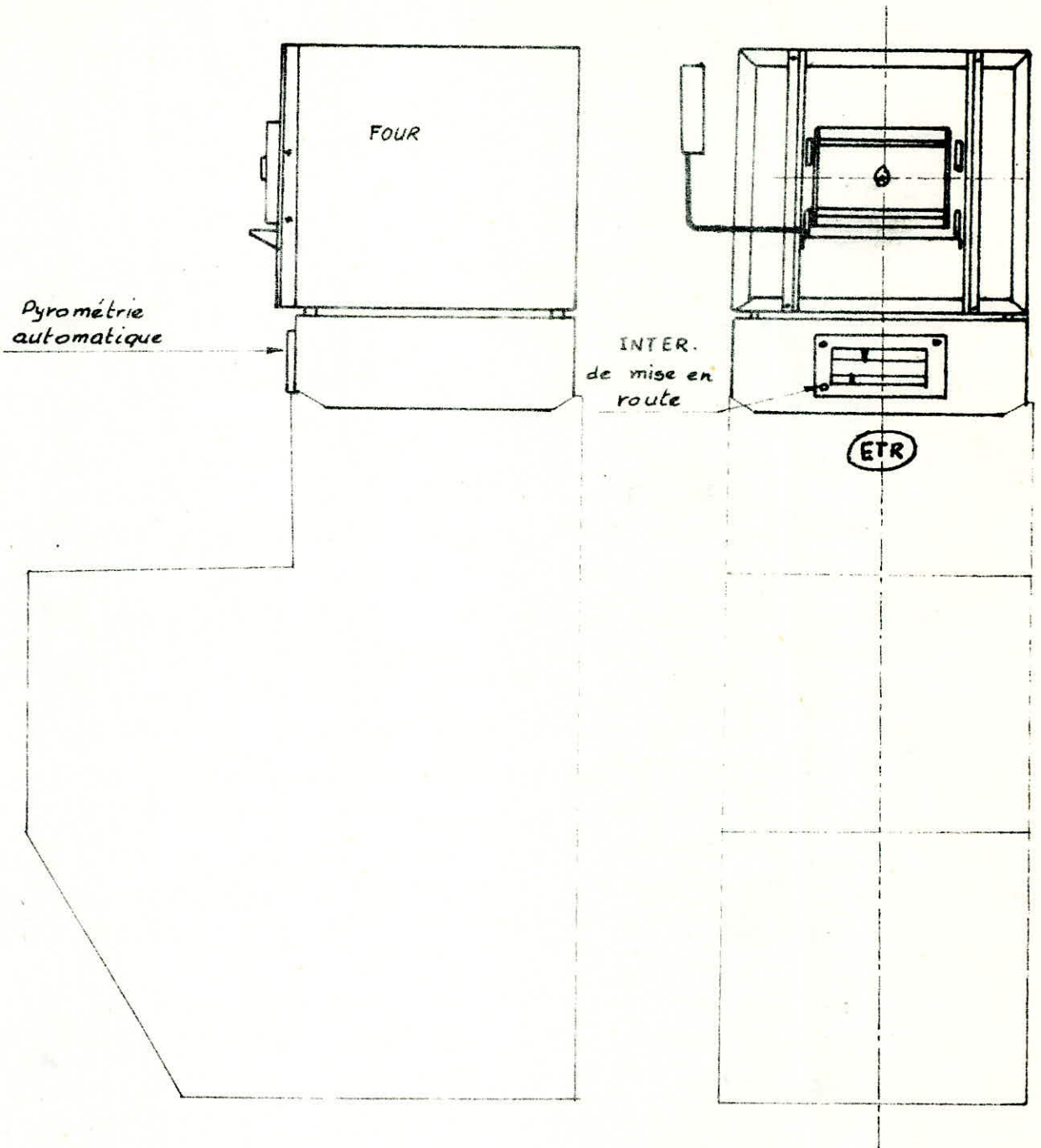


Fig. 7.- Four ETR.

La regulation se fait à l'aide d'un regulateur à action proportionnelle integrale dérivée (PID) évitant tout écart entre le point de consigne affiché par l'opérateur et la température obtenue .

Le capteur est un thermocouple Chromel-Alumel placé dans le laboratoire du four, au voisinage des résistances chauffantes. Ce four peut travailler à des températures allant jusqu'à 1200°C.

2.2 EXTRACTION DES CARBURES

Pour extraire les carbures des éprouvettes qui ont subi un traitement thermique, et de celle prise à l'état de livraison, nous avons procédé à la dissolution d'un échantillon d'environ un gramme, pour les quatre états étudiés: recuit, trempé, revenu à 200°C, et revenu à 600°C.

La dissolution a été effectuée dans de l'acide chlorhydrique dilué, chauffé sur un bain de sable. La dissolution s'achève lorsqu'il n'y a plus dégagement d'hydrogène .

La séparation des carbures s'est faite par filtration sur verre fritté grâce à une pompe à vide.

Les carbures récupérés ont été ensuite séchés dans une étuve à la température de 105°C pendant une heure.

2.3 DOSAGE DU CHROME DANS LA MATRICE METALLIQUE ET DANS LES CARBURES

Pour calculer le coefficient de répartition du chrome dans l'état recuit entre la matrice ferritique et les carbures, nous avons procédé au dosage du chrome dans la solution filtrée lors de l'extraction des carbures, pour déterminer la teneur en chrome de la matrice.

Pour obtenir la teneur en chrome des carbures, nous avons dissous ceux ci en les chauffant dans de l'eau régale (3 Volume d'HCl concentré + 1 volume de HNO₃ concentré)

Le dosage du chrome est effectué comme suit:

- A la solution obtenue lors de l'extraction des carbures, de couleur verte, on ajoute 5cc de HNO_3 et 20 cc de HClO_4 , et cela pour oxyder le chrome.

On chauffe le mélange jusqu'à coloration jaune et cessation de fumées blanches. On diminue la température pour compléter l'oxydation. Après cela on dilue jusqu'à 150 cc,

On ajoute à la solution obtenue 10 cc de H_2SO_4 concentré et 10 cc de H_3PO_4 concentré, et cela dans le but de complexer les ions gênants.

On laisse la solution refroidir, puis on lui ajoute du DSB (diphénylamine sulfonate de baryum) qui donne à la solution une coloration violette ;

La solution est dosée par une solution de sel de Mohr.
sel de Mohr: $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

2.4 MICROSCOPIE OPTIQUE

Nous avons préparé de petits échantillons pour les étudier au microscope optique et pour en prendre des micrographies.

Ces petits échantillons ont été obtenus à partir des éprouvettes traitées au four, en les découpant à la tronçonneuse sous un flux de lubrifiant pour éviter tout échauffement.

Ces échantillons avant d'être observés au microscope optique doivent subir une préparation préalable. Celle-ci comprend l'enrobage, le polissage, et l'attaque chimique.

2.4.1 Enrobage

L'enrobage a été réalisé à froid par une résine polymérisable pour éviter tout début de revenu des échantillons ayant été refroidis rapidement.

2.4.2 Polissage

Le polissage mecanique est effectué sur une serie echelonnée de papiers abrasifs. Les numeros de papiers utilisés sont: 120, 320, 600, et 1000.

A chaque fois que l'on change de papier, on fait tourner l'echantillon de 90° par rapport à sa position precedente.

Le finissage est effectué à la pâte diamantée .

2.4.3 Attaque

Les reactifs d'attaque utilisés sont: le nital et le reactif de MURAKAMI.

Le nital dont la composition chimique est:

- acide nitrique HNO_3 : 1-5ml
- ethanol $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$: 100 ml

revele la structure generale des aciers pour outils à coupe rapide.

Le reactif de MURAKAMI a la composition suivante:

- 10 g de ferricyanure de potassium
- 10 g d'hydroxyde de potassium
- 100 ml d'eau distillée

Les carbures contenant du chrome prennent une teinte foncée en presence de ce reactif .

2.5 RADIOCRISTALLOGRAPHIE

Le but de l'analyse aux RX dans notre etude est d'etudier qualitativement les carbures que nous avons extrait de l'acier.

Les analyses ont été réalisées à l'aide d'un diffractometre de type SIEMENS.

Le rayonnement utilisé est celui du cobalt filtré par le fer. La fente du compteur est de $1/8^\circ$ et la vitesse du diffractometre est de $1/10^\circ$ par minute pour 20.

L'échantillon est constitué des carbures recuperés que l'on a dilué dans de l'alcool, puis nous les avons étalé sur une plaque de verre depoli.

Quatre échantillons ont été analysés aux RX.

-un échantillon de carbures recuperés à partir de l'acier recuit.

-un échantillon de carbures extraits de l'éprouvette trempée à l'air depuis la temperature de 980°C , pendant 45 mn.

-un échantillon de carbures recuperés de l'éprouvette trempée et revenue à 200°C pendant une heure.

-un échantillon de carbures extraits de l'éprouvette trempée et revenue à 600°C pendant une heure .

2.6 DURETE

La dureté est la resistance qu'un materiau oppose à la penetration d'un corps dur .

Le principe d'un essai de dureté consiste donc à introduire dans le materiau à tester un penetrateur et à caracteriser l'empreinte formée .

La forme et la taille du penetrateur d'une part, le mode d'application et la valeur de l'effort d'autre part distingue les differents essais de dureté ainsi que l'expression de leur resultat.

Parmi les essais mis au point, on utilise pour les aciers à outils :

- à l'etat recuit, l'essai Brinell
- à l'etat traité (trempé-revenu), l'essai Rockwell C.

ESSAIS DE DURETE

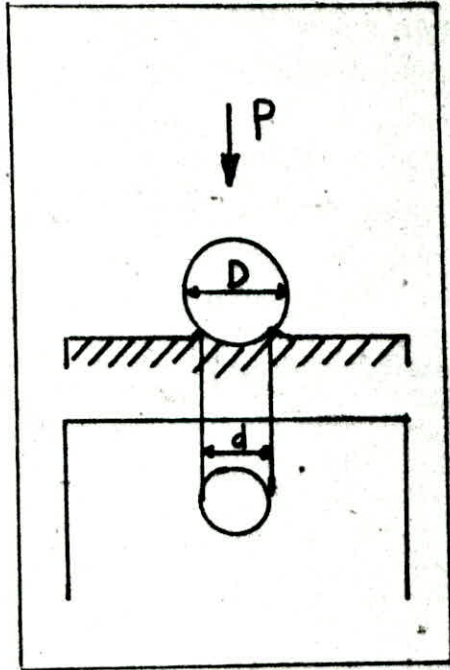


Fig 8: Methode Brinell

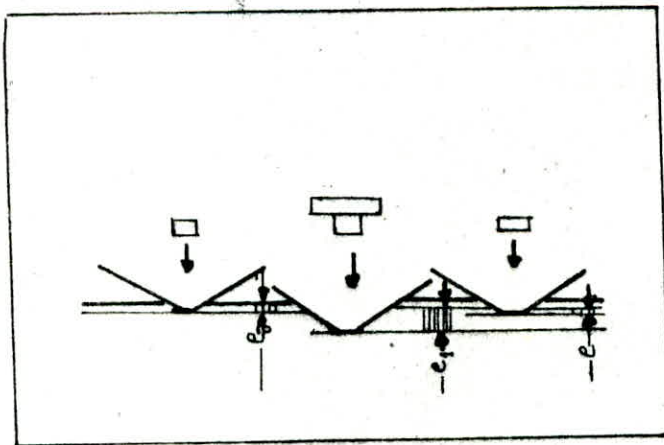


Fig 9: Methode Rockwell C

2.6.1 Methode Brinell (fig 8)

Cette methode consiste à imprimer dans la pièce sous une charge constante P normalisée, une bille en acier de diametre D.

La charge doit être maintenue appliquée pendant 15 s .

Après enlevement de la charge, on mesure le diametre d de l'empreinte avec un oculaire micrometrique .

La dureté Brinell s'exprime en fonction de la charge P appliquée et de l'aire S de l'empreinte par :

$$\text{Dureté HB} = \frac{P}{S} = \frac{2P}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \text{ kgf/mm}^2$$

Dans notre cas l'essai a été executé sous une charge de 3000 kgf pendant 15s .

2.6.2 Methode Rockwell C (fig 9)

L'essai Rockwell C consiste à faire penetrer dans la couche superficielle de l'éprouvette un cône en diamant ayant un angle au sommet de 120° sous une charge de 150 kgf et à mesurer la profondeur de l'empreinte .

L'application de la charge se decompose en deux temps :

- application d'une précharge de 10 kgf qui permet d'obtenir une origine correcte pour la mesure des profondeurs de penetration.
- application d'une surcharge de 140 kgf

On obtient alors :

$$\text{Dureté Rockwell HRC} = 100 - e$$

L'unité de dureté adoptée correspond à un enfoncement axial du penetrateur de 0,002 mm .

Dans cet essai, la dureté est lue directement sur le cadran d'un comparateur qui evalue la profondeur de l'empreinte laissée par le penetrateur .

CHAPITRE III

RESULTS ET
INTERPRETATIONS

III.1 IDENTIFICATION DES CARBURES PAR RADIOCRISTALLOGRAPHIE

1.1 PRINCIPE DE L'ANALYSE QUALITATIVE PAR LA METHODE DES POUDRES

La possibilité d'analyse chimique par la méthode des poudres a été nettement établie par HULL, en 1919 ; cet auteur montra que chaque substance cristalline donnait un diagramme défini .

La méthode des poudres fournit une liste de valeurs mesurées $d_m = d(hkl) / n$ associées à des intensités I_m , cette liste (d_m, I_m) est caractéristique d'une espèce cristalline, la liste des d_m étant spécifique du réseau, celle des I_m étant spécifique de la structure .

Le diagramme des poudres constituant l'"empreinte digitale" de l'espèce cristalline, on peut l'utiliser pour son identification si on dispose d'un fichier de diagrammes de toutes les espèces cristallines connues . Un tel fichier a été constitué par l'ASTM (American Society for Testing Materials) .

Les diagrammes sont classés suivant l'equidistance correspondant aux trois raies les plus intenses .

Les substances sont réparties en un certain nombre de groupes, englobant chacun une gamme de d_1 , dans chaque groupe les espèces sont classées par d_2 décroissant, permettant ainsi de repérer très rapidement un corps hypothétique par ses 2 raies les plus intenses et de vérifier dans la troisième colonne d_3 si l'hypothèse se confirme .

La dernière colonne de la fiche de chaque groupe, indique le numéro de la fiche correspondant à la substance déterminée.

d	2,04	2,12	1,81	2,30	$(Cr, Fe)_7 C_3$				
I/I ₁	100	60	60	60	CHROMIUM, IRON CARBIDE				
Rad Co K α	λ 1,7902	Filter		d Å	I/I ₁	hkl	d Å	I/I ₁	hkl.
Dia	Cut off	Coll		2,30	40	240, 141			
I/I ₁	VISUAL ESTIMATE	d corr abs?		2,12	60	051, 202			
Ref:	GOLD SCHMIDT, METALLURGIA	40, 103-4 (1949)		2,04	100	600, 422			
Sys	HEXAGONAL	SG C _{3v} ⁴ - P _{31c}		1,81	60	431, 402			
a ₀	13,98	b ₀	c ₀ 4,523	A	1,74	60	530, 302		
α	β	γ	Z 8	1,46	20	54, 203			
Ref.	IBID AND PEARSON, "A HANDBOOK OF LATTICE SPACINGS AND STRUCTURES OF METALS AND ALLOYS" *			1,35	20	622, 403			
E α	n w p	E γ	Sign	1,205	60	603			
2V	D 6,9 mp	Color		1,179	60	642			
Ref	PEARSON, IBID.			1,160	60	750			
MATERIALS	1) EXTRACT FROM CHROMIUM STEELS 2) PREPARED SYNTHETICALLY								
	CARBON MANGANESE Mn ₇ C ₃ ISOMORPHOUS WITH THE ABOVE PATTERN VIRTUALLY IDENTICAL								
	* 1950								

Fig 10: Reproduction de la fiche ASTM n° 5-0720 de $(Cr, Fe)_7 C_3$

Cette fiche comme le montre la figure 10 , qui represente celle de $(Cr,Fe)_7C_3$, comporte des renseignements utiles sur l'espèce cristalline en question : caractères cristallographiques, propriétés physiques, etc

ON conduit l'analyse de la maniere suivante :

- Faire un diagramme des poudres et mesurer les d_m avec le plus de precision possible .
- Utiliser les 3 raies les plus intenses pour la recherche dans le repertoire .
- Sortir la fiche correspondante à la substance identifiée par la methode des trois raies, et comparer la liste des d_m avec la liste $d(hkl)$ complète de la substance hypothetique.

La substance n'est identifiée avec certitude que si les deux listes concordent, aux erreurs d'experience près .

Notre travail etant consacré aux carbures d'un acier fortement allié au chrome, la deuxième etape n'a pas été necessaire, nous avons sorti directement les fiches des carbures susceptibles d'exister dans un tel acier, que nous avons utilisées pour identifier les carbures extraits de l'acier.

III.2 RESULTATS EXPERIMENTAUX

2.1 ANALYSE QUALITATIVE DES CARBURES

1°)- carbures extraits de l'échantillon recuit

Les plans (hkl) qui diffractent le rayonnement X vérifient la relation de Bragg. Cette relation s'écrit :

$$n\lambda = 2d(hkl)\sin\theta$$

n = ordre de reflexion. Il donne le nombre de longueurs d'onde constituant la différence de marche. En pratique on prend n=1 .

d(hkl) = distance entre deux plans consecutifs de la famille de plans (hkl) .

θ = angle de reflexion

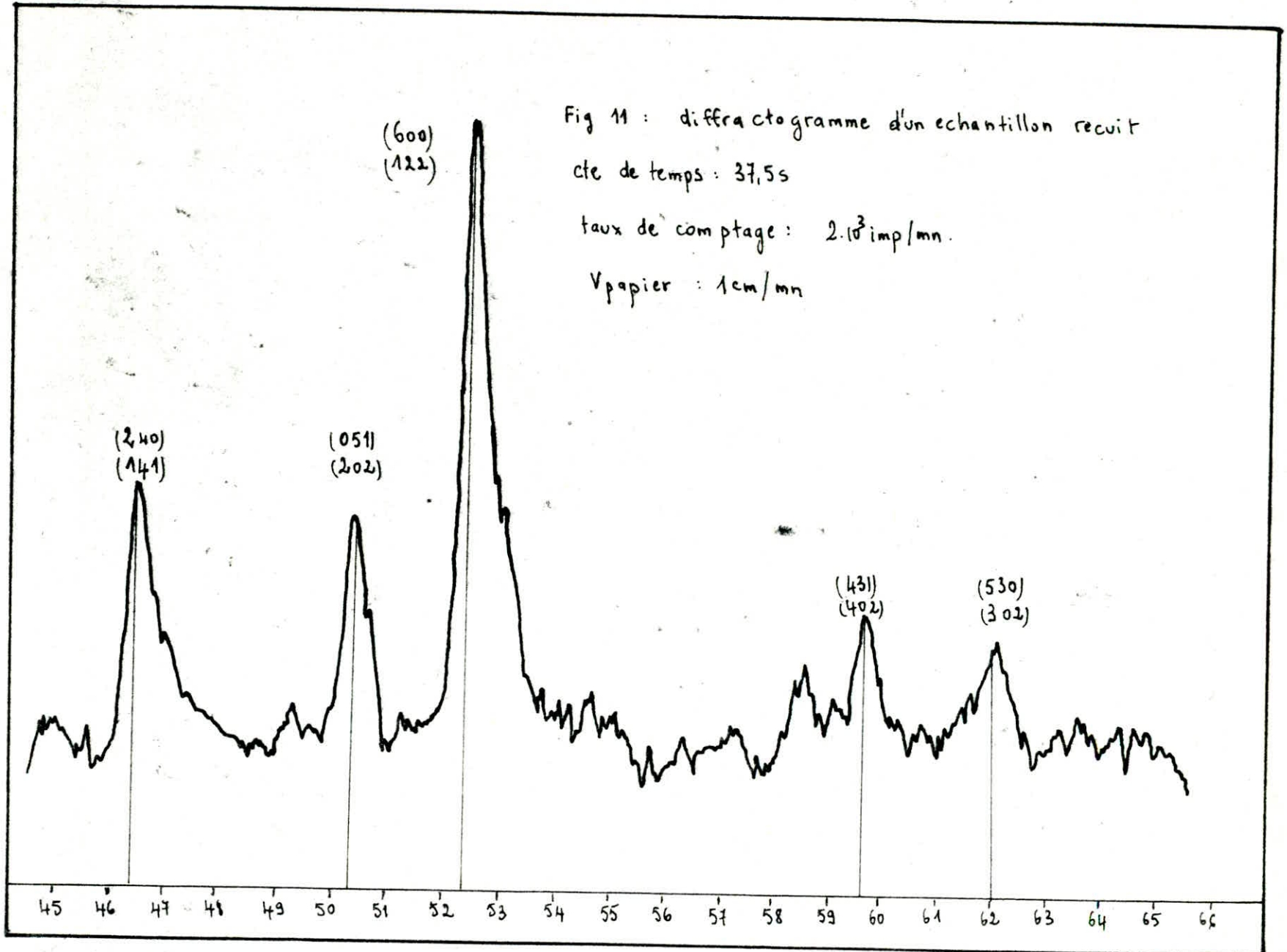
λ = longueur d'onde du faisceau incident et correspondant au doublet $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ du cobalt dont la valeur moyenne est :

$$= \frac{2\lambda_{K\alpha_1} + \lambda_{K\alpha_2}}{3} = \frac{2 \cdot 1,789 + 1,793}{3} = 1,790 \text{ \AA}$$

$$\boxed{\lambda = 1,790 \text{ \AA}}$$

La figure 11 montre la region du diffractogramme comportant les raies les plus caracteristiques .

Le depouillement du diffractogramme a montré que certaines raies ne correspondaient a celles d'aucun carbure de chrome après comparaison avec les fiches ASTM en notre possession.



Elles sont probablement dûes à des phases presentes en même temps que les carbures dans le residu que nous avons recuperé lors de l'extraction .

Le tableau suivant represente les raies qui ont pu être identifiées avec celles données par la fiche ASTM de $(Cr,Fe)_7C_3$.

2θ	θ	d_m	$d(hkl)$	hkl
46,3	23,15	2,277	2,30	240,141
50,2	25,1	2,109	2,12	051,202
52,25	26,125	2,032	2,04	600,122
59,5	29,75	1,803	1,81	431,402
62	31	1,737	1,74	530,302
75,7	37,85	1,458	1,46	541,203
83,65	41,825	1,342	1,35	622,403
96,2	48,1	1,202	1,205	603
99,1	49,55	1,176	1,178	642
101,1	50,55	1,159	1,16	750

d_m : distance reticulaire mesurée

$d(hkl)$: distance reticulaire donnée par la fiche ASTM .

Le carbure $(Cr,Fe)_7C_3$ ainsi identifié, a une structure hexagonale de paramètres $a = 13,98 \text{ \AA}$, $c = 4,523 \text{ \AA}$

La maille élémentaire contient 56 atomes métalliques et 24 atomes de carbone .

2°)- carbures extraits de l'échantillon trempé

La figure 12 montre le diffractogramme des carbures extraits de l'échantillon trempé . Il est identique à celui de l'échantillon recuit. On remarque que l'intensité des raies est plus faible par rapport à celle du diffractogramme de l'échantillon recuit . Ce résultat était prévisible car la trempe n'agit pas sur les carbures du point de vue qualitatif.

Elle n'agit que sur la quantité de ces carbures, les petites particules se dissolvant dans l'austénite lors de l'austénitisation. Le carbure identifié dans l'acier trempé est donc $(Cr,Fe)_7C_3$.

3°)- carbures extraits de l'échantillon revenu à 200°C

Lors du revenu à 200°C, la martensite qui est très instable, libère un carbure de structure hexagonale Fe_2C dit ϵ .

La figure 13 montre le diffractogramme des carbures extraits de l'acier revenu à 200°C. Les distances interréticulaires $d(hkl)$ du carbure ϵ données par sa fiche ASTM sont très voisines de celles du carbure $(Cr,Fe)_7C_3$.

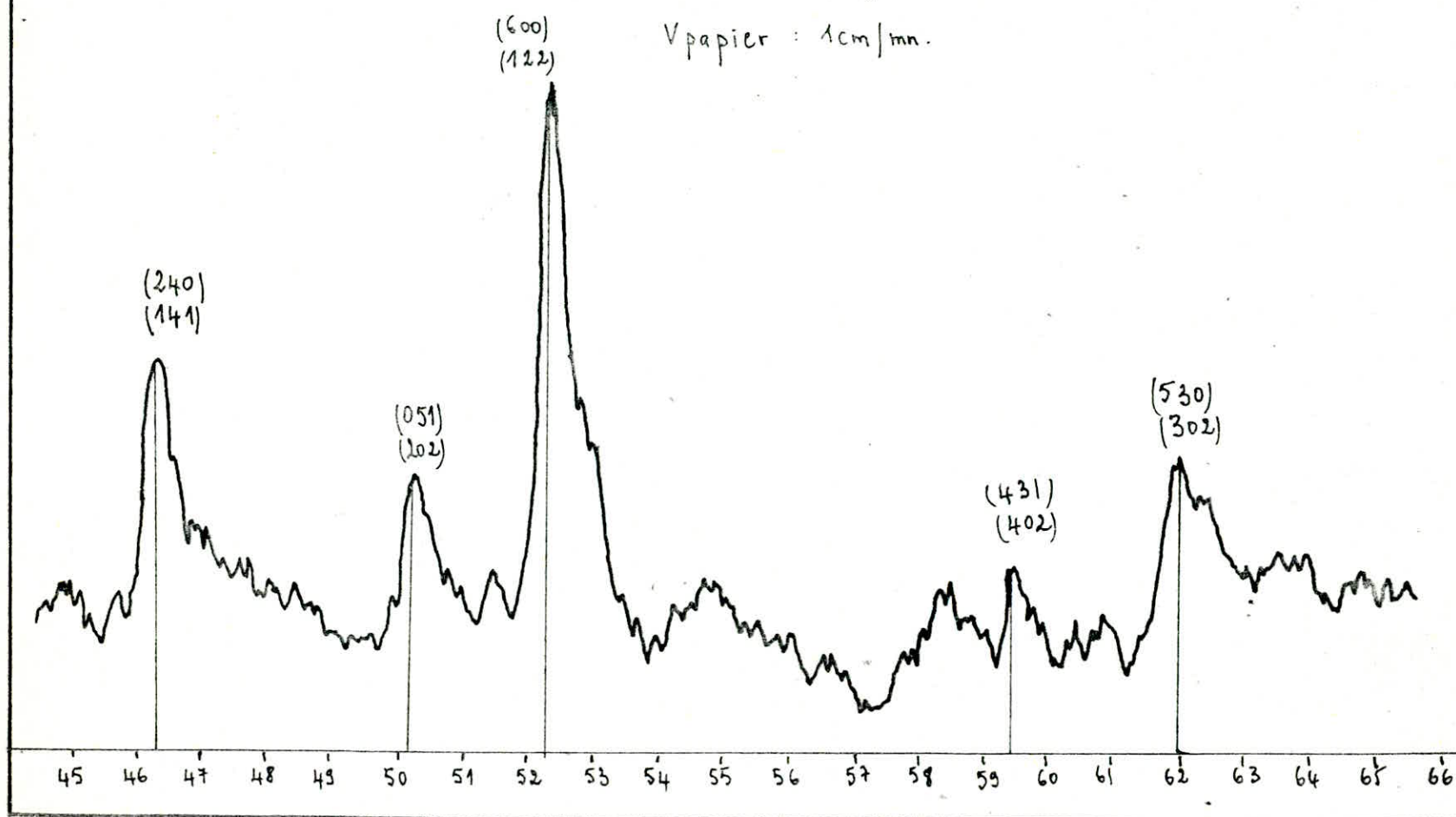
Le diffractogramme a la même allure que précédemment, les intensités ayant augmenté par rapport à celles des échantillons précédents . Les distances $d(hkl)$ étant très proches, et les raies étant assez larges, nous avons pensé que les raies de ces 2 carbures étaient confondues. Nous avons donc, comme le montre la figure 14 essayé de séparer les raies les plus

Fig 12 : diffractogramme d'un echantillon trempé

cte de temps: 37,5s

taux de comptage: $2 \cdot 10^3$ imp/mn.

V papier : 1cm/mn.



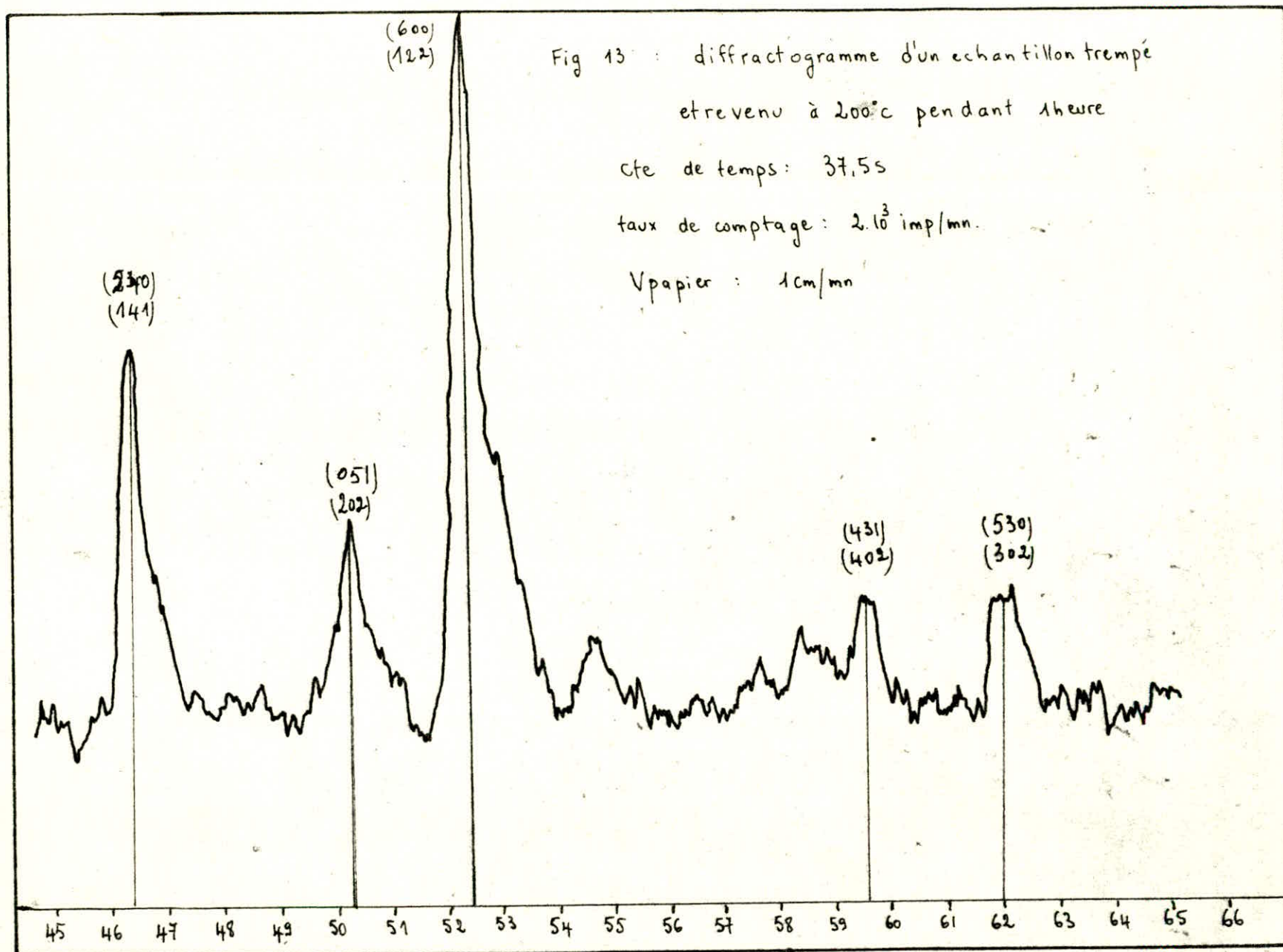


Fig 14: diffractogramme de
l'échantillon revenu à 200°C
restreint au domaine 51° - 53° (2 θ)
taux de comptage : $2 \cdot 10^3$ imp/mn
V papier : 1 cm/mn.
cte de temps : 68 s.

(600)

(122)

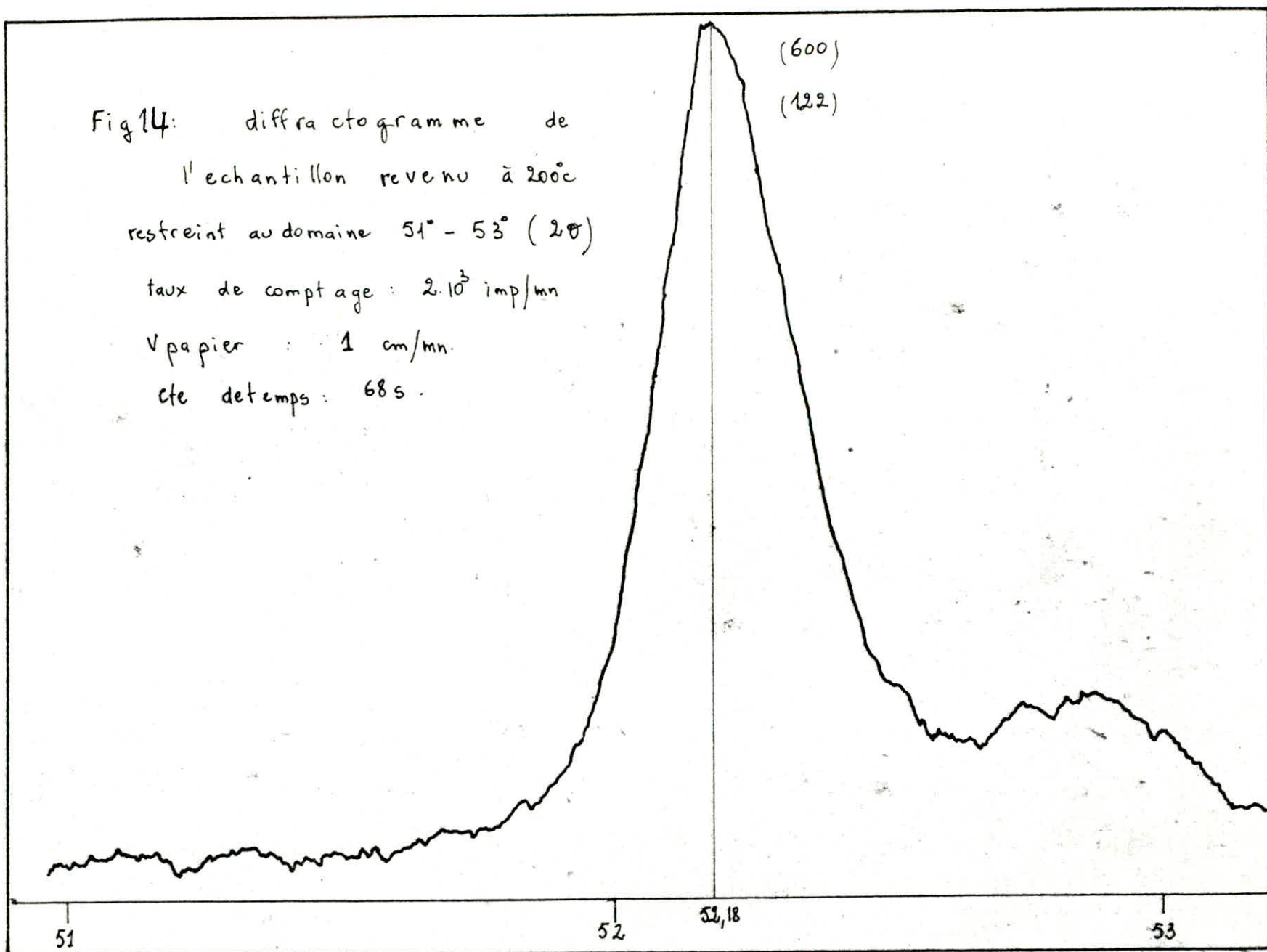


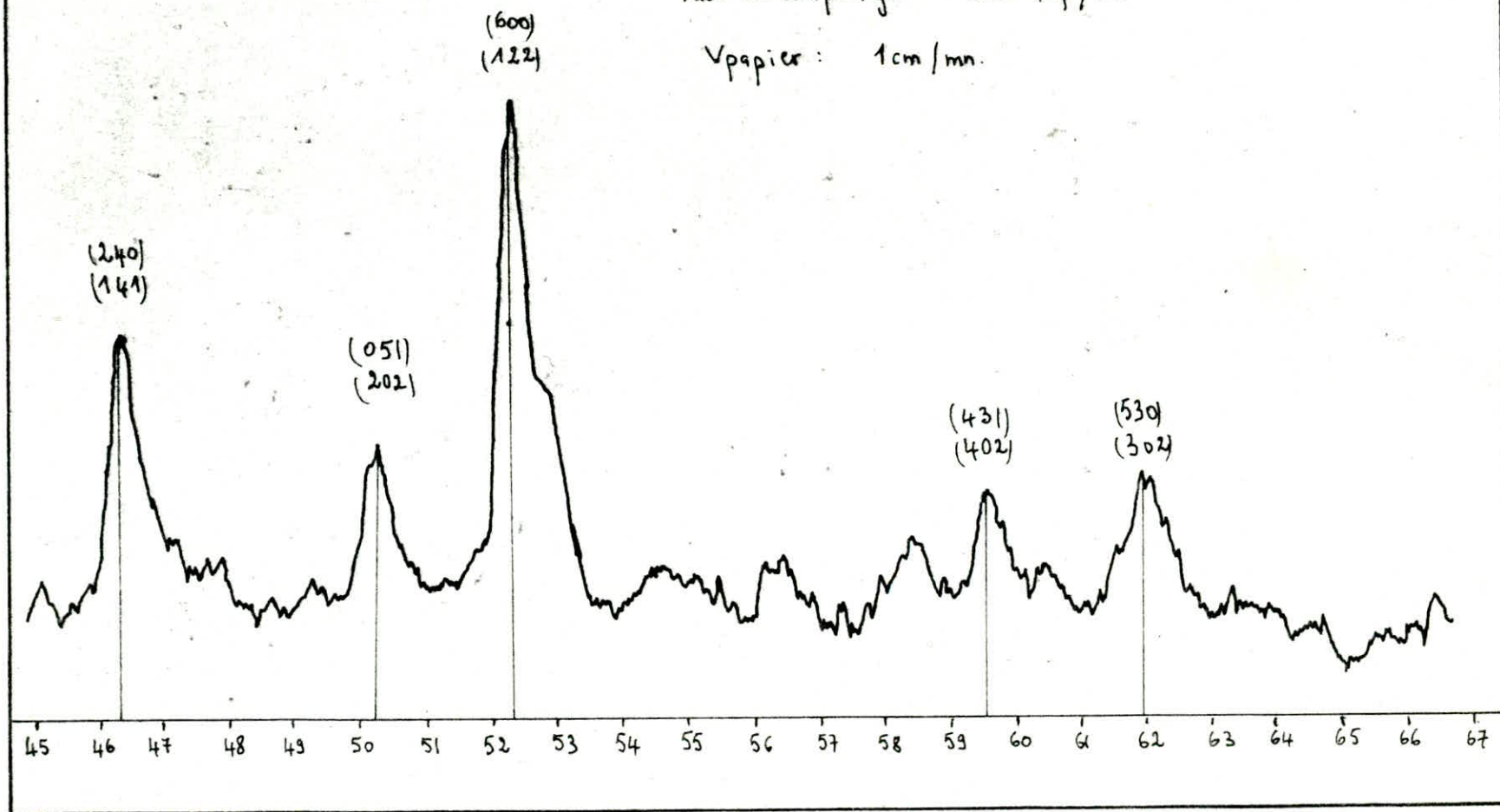
Fig 15 : diffractogramme d'un échantillon trempé

et revenu à 600°C pendant 1 heure

cte de temps: 37,55

taux de comptage : $2 \cdot 10^3$ imp/mn

V_{papier} : 1 cm/mn.



intenses de ces 2 carbures qui correspondent à $2\theta=52,05^\circ$ pour $(Cr,Fe)_7C_3$, et $2\theta=52,88^\circ$ pour ξ , mais le resultat n'a pas été concluant . Donc le carbure ξ ne peut pas être identifié à l'aide de ce diffractogramme .

Nous pensons que les raies de ce carbure ne sont pas apparues sur le diffractogramme, du fait de ses très faibles dimensions, car pour obtenir un diffractogramme utilisable, la taille des particules doit être assez grande .

4°)- carbures extraits de l'échantillon revenu à $600^\circ C$

Dans un acier fortement allié, comme celui que nous avons étudié, lors du revenu à haute température on observe la précipitation de carbures spéciaux, qui est due à ce que les éléments d'alliage qui ne pouvaient diffuser à de plus basses températures, commencent à diffuser à partir de $500^\circ C$.

La figure 15 montre le diffractogramme des carbures extraits de l'échantillon revenu à $600^\circ C$.

Son dépouillement a donné le même resultat que précédemment, c'est à dire présence de $(Cr,Fe)_7C_3$.

Les carbures extraits dans cet état peuvent avoir 2 origines:

- Les carbures résiduels qui ne se dissolvent pas lors du chauffage de trempe, et qui ne sont pas altérés par le revenu.
- Les carbures qui ont précipité lors de ce revenu .

Nous avons constaté que les intensités des raies variaient selon les traitements thermiques, cela est probablement dû à des défauts ou à des irrégularités structurales .

2.2 ANALYSE QUANTITATIVE DES CARBURES

L'extraction des carbures s'est faite à l'aide de l'acide chlorhydrique dilué . Le résidu obtenu contient probablement en plus des carbures qui nous intéressent, d'autres phases qui n'ont pas été dissoutes, telles le carbone de la matrice.

D'autre part, ne connaissant pas le degré d'agressivité de HCl envers les carbures, les résultats de l'analyse quantitative ne peuvent être qu'approximatifs .

Nous avons pesé le résidu extrait, et nous avons rapporté sa masse à celle de l'échantillon d'acier qui a été dissous.

Les résultats obtenus sont les suivants :

Traitement thermique	% de carbures extraits
Recuit	20,15
Trempé à 980°C	15,76
Revenu à 200°C	20,71
Revenu à 600°C	13,14

Ces résultats montrent que l'acier Z 200 012 possède une grande quantité de carbures qui améliorent la résistance à l'usure.

On observe la dissolution d'une certaine quantité de ces carbures lors de l'austénitisation; et la précipitation (augmentation du pourcentage des carbures) de carbures, probablement le carbure , pendant le revenu à 200°C.

2.3 DETERMINATION DU COEFFICIENT DE REPARTITION DU CHROME A L'ETAT RECUIT

Pour déterminer le coefficient de répartition, qui représente le rapport des concentrations d'un élément, - dans notre cas le chrome- dans la phase carbure et dans la matrice ferritique, nous avons dosé la teneur en chrome des carbures et de la ferrite .

La teneur dans chaque cas a été calculée par rapport à l'échantillon d'acier.

La teneur en chrome du carbure $(Cr,Fe)_7C_3$ extrait de l'acier recuit est de 45,5%, ce qui représente par rapport à l'échantillon d'acier une teneur en chrome égale à 9,168%.

La teneur en **chrome** de la matrice ferritique qui est passée en solution au cours de l'extraction des carbures, est de 3,75% . Cette teneur rapportée à la masse de l'échantillon n'est plus que de 2,996% .

Le coefficient de répartition du chrome est donc égal à :

$$\rho = \frac{\% \text{ de chrome dans les carbures}}{\% \text{ de chrome dans la ferrite}} = \frac{9,168\%}{2,996\%}$$

$$\rho = 3,06$$

Ce résultat montre qu'en présence d'une teneur élevée en carbone, le chrome bien qu'il soit un élément moyennement carburigène a tendance à former des carbures, et de ce fait il n'y a relativement qu'une faible quantité qui se dissout dans la matrice ferritique .

2.4 RESULTATS COMPLEMENTAIRES

2.4.1 Observation micrographique

Les observations micrographiques après divers traitements thermiques (voir micrographies), nous ont permis de constater que la structure de l'acier est:

- A l'état recuit, elle est formée d'une matrice ferritique dans laquelle sont distribués de fins et de gros carbures primaires formés lors de la solidification.
- A l'état trempé, la structure est formée de martensite très dure contenant une partie des éléments d'alliage mis en solution pendant l'austenitisation.

Les globules de carbures qui apparaissent dans la martensite sont de grosseur variable .

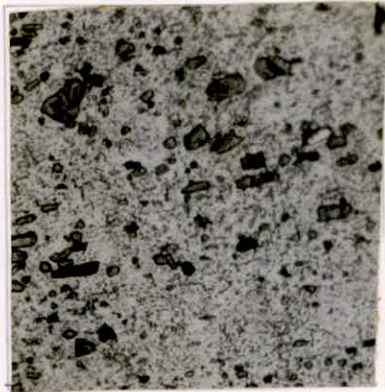
- A l'état revenu, la structure s'assombrit par attaque metallographique. Ceci est dû à ce que la martensite juste après trempe s'attaque lentement et apparaît donc claire, sur les micrographies, mais lors du revenu elle donne un constituant rapidement attaquable, et qui apparaît donc sombre.

Après revenu à 600°C la structure consiste en de gros carbures et de petits carbures disséminés dans de la martensite de revenu.

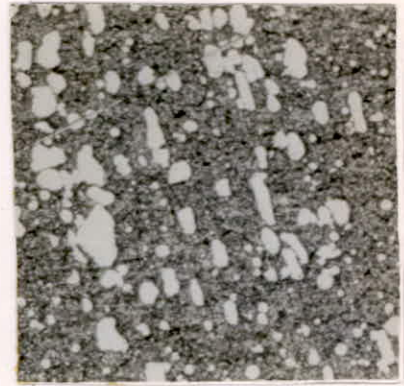
2.4.2 Dureté

La dureté obtenue à l'état recuit est de 229 HB. Cette dureté est assez faible, elle permet une usinabilité aisée de cet acier.

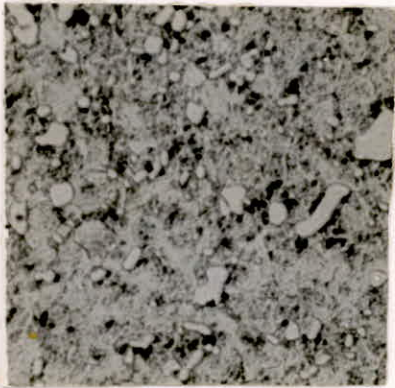
MICROSTRUCTURES DE L'ACIER Z 200 C 12



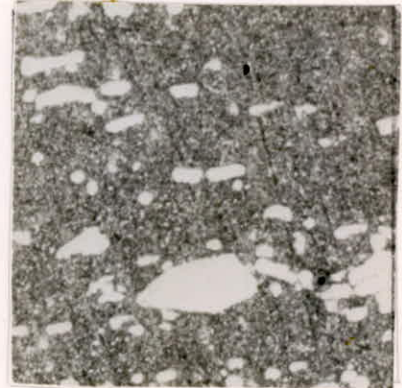
(a) échantillon
recuit



(b) échantillon trempé
à 980°C, 45mn



(c) échantillon revenu
à 200°C, 1h



(d) échantillon revenu
à 600°C, 1h

L'échantillon recuit a été attaqué au réactif de MURAKAMI, les autres par le nital . $G=800$

(a) carbures + ferrite (b) carbures résiduels + martensite
(c) carbures + martensite de revenu (d) carbures +
martensite de revenu .

A l'état trempé nous avons obtenu une dureté de 63 HRC et cela en trempant notre éprouvette à l'air . Cette dureté démontre la bonne trempabilité de cet acier .

La teneur en austénite résiduelle doit être très faible en raison de cette dureté élevée. Une teneur importante en austénite résiduelle dans l'acier donnerait une dureté nettement plus faible que celle que nous avons obtenu .

La dureté de l'éprouvette revenue à 200°C est de 61 HRC.

Les carbures entraînent un effet de durcissement par dispersion, capable de s'opposer à l'adoucissement normal..

La dureté de l'éprouvette revenue à 600°C est de 46 HRC .

Cette chute appréciable de dureté est causée par la croissance des particules de carbures.

C O N C L U S I O N

Les caracteristiques mecaniques de l'acier dependent du volume relatif des carbures, de leur composition chimique et de leur etat physique (structure et taille).

L'objectif de ce travail a été donc d'acquérir une formation theorique à travers l'etude bibliographique de ces carbures, et une bonne maîtrise de tous les problemes inherents à l'extraction des carbures, ainsi que celle du materiel utilisé dans les differentes etapes de notre travail .

La premiere partie de notre travail a été con sacrée aux traitements thermiques : trempe, revenu .

La seconde a été consacrée à l'extraction des carbures par dissolution de l'acier dans l'acide chlorhydrique, leur analyse par voie chimique et par radiocristallographie.

Les resultats que nous avons obtenus après ces différentes analyses peuvent se resumer à:

- Dans tous les etats (recuit, trempe, revenu), nous avons identifié le carbure $(Cr, Fe)_7C_3$.

- Nous avons trouvé que l'acier Z 200 C 12 contenait une proportion appréciable de carbures (20% environ) . C'est cette grande quantité de carbures d'une dureté élevée, qui lui assure une grande resistance à l'abrasion, propriété pour laquelle il est utilisé dans la fabrication d'outils de coupe qui sont soumis à des conditions très severes .

Le coefficient de partage du chrome à l'etat recuit qui a été déterminé est d'environ 3, ce qui montre que le chrome passe presque entierement dans la phase carbure .

Les resultats ainsi obtenus peuvent être ameliorés et verifiés par l'emploi de methodes appropriées:

- La microscopie electronique pour deceler et identifier les carbures qui precipitent lors du revenu à 200°C, que nous n'avons pas pu deceler par analyse radiocristallographique.
- Emploi de la methode electrolytique d'extraction, avec un milieu d'electrolyse optimal pour l'isolement quantitatif et selectif des carbures .
- La spectrophotometrie d'absorption atomique pour doser les elements metalliques (Cr, Fe) avec precision et ainsi pouvoir suivre l'evolution de la composition chimique des carbures en fonction des traitements thermiques .

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

- 1 - E. C BAIN et H.W PAXTON " Les elements d'addition dans l'acier " DUNOD (Paris 1968)
- 2 - A. MICHEL "Aciers à outils" . DUNOD (Paris 1950)
- 3 - I. LAKHTINE " Metallographie et traitements thermiques des metaux " EDITIONS MIR (Moscou 1978)
- 4 - P. PAYSON "The metallurgy of tool steels " JOHN WILEY & SONS, INC (New York 1962)
- 5 - W. HUME-ROTHERY " The structures of alloys of iron " PERGA MON PRESS (1966)
- 6 - F. CONVERT, F. LECROISEY, A. PAILLEUX "Guide des aciers à outils pour travail à froid sur presse " CETIM (1978)
- 7 - C. S BARRETT "Structures des metaux " DUNOD (Paris 1957)
- 8 - J.P EEBERHART "Methodes physiques d'etude des mineraux et des m teriaux solides " doin EDITEURS (1976)
- 9 - L. HABRAKEN, J.J DE BROUWER "Bases de la metallographie" tome I DE FERRI METALLOGRA PHIA
Edition Scholastica CNRM PAE " Bruxelles 1968)
- 10 - A. CONDYLLIS, A. FEILLOLAY et H. HOCQUAUX "Methode de separation, d'analyse et d'identification des carbures dans les aciers à coupe rapide " Rapport IRSID RE (F) 452 juin 1977
- 11 - DE FERRI METALLURGI G A I I (1966) Verlag Stahleisen mbH Dusseldorf

