



MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE «ABBES LAGHROUR» DE KHENCHELA
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIE



Département de Génie Mécanique

N°:.....

Thèse

Présentée pour l'obtention du diplôme de doctorat (L.M.D)

Spécialité : Génie Mécanique

Option : Sciences des Matériaux

Par GHELLOUDJ Elhadj

Thème

**Etude des comportements mécaniques des aciers
niturés**

Soutenue publiquement le 19/04/2018 devant le jury :

| | | |
|-------------------------------|--|-----------------------|
| Dr. ZEDIRA Hamma | Professeur, Université de Khenchela | Président |
| Dr. DJEBAILI Hamid | Professeur, Université de Khenchela | Rapporteur |
| Dr. HANNACHI Med.Tahar | Maître de Conférences A, Université de Tébessa | Co- Rapporteur |
| Dr. BRIOUA Mourad | Professeur, Université de Batna 2 | Examineur |
| Dr. BENBOUTA Rachid | Professeur, Université de Batna 2 | Examineur |
| Dr. CHAHAOUI Oualid | Maître de Conférences A, Université de Khenchela | Examineur |

Année 2017/2018

REMERCIEMENTS

Je remercie tout d'abord le grand puissant. Dieu qui m'a éclairé le chemin pour réaliser ce modeste travail.

*Je tiens tout d'abord à exprimer toute ma reconnaissance à mon Encadreur de thèse Monsieur **DJEBAILI Hamid**, Professeur à l'université de khenchela qui n'a ménagé aucun effort pour m'orienter et me conseiller tout au long de la réalisation de ce mémoire par sa disponibilité et son immense savoir, savoir faire, et savoir être.*

Je tiens à le remercier pour la confiance qu'il m'a accordé en me confiant ce sujet de travail, pour avoir suivi mes travaux de très près durant cette période, pour les discussions fructueuses et la relecture de ce thèse.

*Je veux exprimer ma sincère gratitude à mon Co-encadreur de thèse Monsieur **HANNACHI Mohamed Tahar**, Maître de conférence à l'université de Tébessa pour sa disponibilité, pour ses conseils, pour ses orientations et pour son aide dans la rédaction de la thèse et l'interprétation des résultats.*

*J'ai un grand plaisir à remercier Monsieur **ZEDIRA Hamma**, Professeur à l'université de khenchela pour avoir accepté de présider mon jury de thèse.*

*J'adresse mes plus sincères remerciements à Monsieur **BRIOUA Mourad**, professeur à l'université de Batna2, Monsieur **BENBOUTA Rachid**, professeur à l'université de Batna2 et Monsieur **CHAHAOUI Oualid**, Maître de conférence à l'université de Khenchela qui ont bien voulu accepter de faire partie du jury et examiner mon travail.*

*Mes sincères remerciements à mon collègue Monsieur **SAOUDI Abdenour** pour son aide concernant la microscopie électronique à balayage et la rugosité.*

*Je tiens également à remercier très chaleureusement tous le personnel de l'entreprise Tracteur Agricole (**ETRAG**) Constantine qui m'ont aidé à fournir des échantillons et les traitements (thermique et themochimique).*

Enfin, je remercie celle qui se reconnaîtra à la lecture de ces quelques mots, pour son soutien et sa présence au bon moment.

DÉDICACE

Je dédie le fruit de ce travail à :

Mes parents qui m'ont soutenu le long de ma vie ;

Mes frères Hocin, Mohammed, Youcef, Abdelkader et Fateh ;

Mes sœurs Sabah, Hayet et Ibtissam ;

Mes chères : Thabet louay, Farouk moadh et Romayssae razan ;

Mes amis Sifeddine, Hocin, Hichem, Yassin, chawki, abdennacer, Rafik, Fateh, Ali ;

Mes collègues de travail, Yasser, Belkacem, Adel ;

Toute la famille et tous les amis.

Merci ..

Résumé

L'objectif de notre étude repose sur le comportement mécanique de la nuance d'acier 42CrMo4 avant et après nitruration en bain de sel. Cette nuance est destinée à la fabrication des pièces mécaniques fortement sollicitées en fatigue utilisés en aéronautique et des outils de coupe. En effet, l'augmentation du pourcentage d'azote et de carbone conduit à la formation d'une couche de combinaison, augmente d'une façon spectaculaire l'épaisseur de la couche de diffusion et améliore les propriétés mécaniques et tribologiques de la pièce traitée. Les propriétés mécaniques, tribologiques et métallographiques des couches nitrurées ont été mises en évidence par les techniques d'investigation telles que : la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la diffraction de rayons X, dureté, résilience, traction, usure et mesure de rugosité.

Mots- clés: 42CrMo4, nitruration, couche de combinaison, couche de diffusion, comportement mécanique, microscopie électronique à balayage.

Abstract

The objective of our study focuses on the mechanical behavior of the 42CrMo4 steel after and before the salt bath nitriding. This steel used for mechanical pieces greatly solicited in fatigue used in aeronautics and the manufacture of the cut tools. Indeed, the increasing the percentage of the nitrogen and carbone conducted to the formation of a compound layer, increase a spectacular way the thickness of the diffusion layer and improve the mechanical and tribological properties of the piece treated. The mechanical, tribological and metallographic properties of the nitrided layers have been highlighted by investigative techniques such as: the optical microscopy, the scanning electron microscopy, X-ray diffraction, hardness, resilience, traction, wear and roughness measurement.

Keywords: 42CrMo4, nitriding; compound layer, diffusion layer; mechanical behavior, scanning electron microscopy.

المخلص

يرتكز هدف دراستنا على السلوك الميكانيكي للصلب (42 كروم موليبدين 4) قبل وبعد عملية نتردة حمام الملح. هذا الصلب يستخدم في تصنيع القطع الميكانيكية شديدة الإجهاد المستخدمة في الطيران وأدوات القطع. في الواقع، تؤدي زيادة نسبة النيتروجين والكربون إلى تشكيل طبقة الجمع، وتزيد بشكل كبير من سمك طبقة النشر وتحسن الخصائص الميكانيكية والتريبولوجية للقطع المعالجة. يتم فحص الخصائص الميكانيكية، التريبولوجية و الميتالغرافيك لطبقات النتريد بواسطة تقنيات التحقق مثل: المجهر الضوئي، المجهر الإلكتروني الماسح، حيود الأشعة السينية، الصلابة، المرونة، الشد، الاهتراء وقياس الخشونة.

الكلمات المفتاحية: 42 كروم موليبدين 4، النتردة، طبقة الجمع، طبقة النشر، السلوك الميكانيكي، المجهر الإلكتروني الماسح.

Table des matières

| | |
|---|----|
| Liste des notations | |
| Liste des figures | |
| Liste des Tableaux | |
| Introduction générale | 1 |
| CHAPITRE I : NOTIONS FONDAMENTALES DES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES PAR NITRURATION | |
| I.1 Introduction | 3 |
| I.2 Procédés de nitruration | 3 |
| I.3 Principe de nitruration | 4 |
| I.4 Les modes de nitruration | 4 |
| I.4.1 La nitruration en bain de sel | 4 |
| I.4.2 La nitruration gazeuse | 7 |
| I.4.3 La nitruration ionique (plasma) | 10 |
| I.5 Autres techniques de nitruration | 14 |
| I.6 Comparaison des divers procédés | 15 |
| I.7 Aciers pour nitruration | 16 |
| I.7.1 Influence des éléments d'alliage | 17 |
| I.7.2 Nuances d'aciers de nitruration | 18 |
| I.8 Conclusion | 19 |
| CHAPITRE II: ASPECTS METALLURGIQUES DES ACIERS NITRURES | |
| II.1 Introduction | 20 |
| II.2 Microstructure d'une surface nitrurée | 20 |
| II.2.1 Couche de combinaison ou couche blanche | 21 |
| II.2.2 Couche de diffusion | 22 |
| II.3 Mécanismes de formation des couches nitrurées | 24 |
| II.3.1 Diagramme binaire fer-azote | 24 |
| II.3.2 Diagramme ternaire fer-azote-carbone | 27 |
| II.4 Structure des couches nitrurés | 28 |
| II.4.1 Couches de combinaison | 28 |
| II.4.2 Couche de diffusion | 29 |
| II.4.3 Diffusion dans les aciers et formation de précipités | 30 |
| II.5 Conclusion | 40 |

CHAPITRE III : COMPORTEMENT MECANIQUE DES ACIERS NITRURES

| | |
|---|----|
| III.1 Introduction | 41 |
| III.2 Dureté | 41 |
| III.3 Contraintes résiduelles | 42 |
| III.3.1 Contraintes résiduelles dans le cas d'une couche nitrurée | 43 |
| III.4 Comportement en traction | 44 |
| III.5 Comportement en fatigue | 45 |
| III.5.1 Sollicitations en flexion rotative | 45 |
| III.6 Frottement | 49 |
| III.7 L'usure | 51 |
| III.8 Conclusion | 52 |

CHAPITRE IV : MATERIAU ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

| | |
|--|----|
| IV.1 Introduction | 53 |
| IV.2 Matériau étudié | 53 |
| IV.2.1 Equivalences | 53 |
| IV.2.2 Caractéristiques de la nuance | 53 |
| IV.2.3 Caractéristiques mécaniques moyennes (état trempé et revenu) | 54 |
| IV.2.4 Diagrammes TTT et CCT | 54 |
| IV.2.5 Analyse chimique | 55 |
| IV.3 Traitement de pré-nitruration | 57 |
| IV.3.1 Traitement de trempe | 57 |
| IV.3.2 Traitement de revenu | 58 |
| IV.3.3 Les caractéristiques techniques des fours de traitements thermiques | 59 |
| IV.4 Traitement de nitruration | 59 |
| IV.4.1 Préchauffage | 59 |
| IV.4.2 Bain de sels | 60 |
| IV.4.3 Refroidissement et lavage | 63 |
| IV.4.4 Les caractéristiques techniques de four en bain de sel | 63 |
| IV.5 Caractérisation structurale | 64 |
| IV.5.1 Préparation des échantillons | 64 |
| IV.5.2 Microscopie optique | 65 |
| IV.5.3 Microscopie Electronique à Balayage (MEB) | 65 |
| IV.5.4 La diffraction des rayons X (DRX) | 67 |
| IV.6 Caractérisation mécanique | 68 |
| IV.6.1 Microdureté Vickers | 68 |

| | |
|--|-----|
| IV.6.2 Essai de traction | 69 |
| IV.6.3 Essai de Résilience | 72 |
| IV.6.4 Tests tribologiques | 74 |
| IV.7 Rugosité | 76 |
| IV.7.1 Ecart moyen arithmétique | 76 |
| IV.7.2 Ecart moyen quadratique | 77 |
| IV.7.3 Hauteur totale | 78 |
| IV.8 Conclusion | 78 |
| CHAPITRE V : RESULTATS ET DISCUSSIONS | |
| V.1 Introduction | 79 |
| V.2 Structure métallographique | 79 |
| V.2.1 Microstructure des couches après trempe et revenu | 79 |
| V.2.2 Microstructure des couches nitrurées | 79 |
| V.2.3 Influence du temps sur la cinétique de croissance de couche combinaison | 82 |
| V.2.4 Influence de températures sur la cinétique de croissance de couche de combinaison | 86 |
| V.2.5 Influence des paramètres de nitruration (temps et température) sur la cinétique de croissance de la profondeur de la couche de diffusion | 88 |
| V.3 Microdureté Vickers | 90 |
| V.3.1 Microdureté Vickers avant nitruration de l'acier 42CrMo4..... | 90 |
| V.3.2 Microdureté Vickers après nitruration de l'acier 42CrMo4..... | 93 |
| V.3.3 Influence des paramètres de nitruration (température et temps) sur la Microdureté Vickers à la surface | 96 |
| V.3.4 Influence des paramètres de nitruration (température et temps) sur la Microdureté Vickers à la surface vers la profondeur | 97 |
| V.4 Résultats des essais de traction | 100 |
| V.4.1 Courbes de traction | 100 |
| V.5 Résultats des essais de résilience | 102 |
| V.6 Tribologie | 104 |
| V.6.1 Essais de frottement | 104 |
| V.6.2 Essais d'usure | 105 |
| V.7 Rugosité de surface | 108 |
| V.8 Conclusion | 117 |
| Conclusion générale et perspectives | 118 |
| Références bibliographiques | 120 |

Liste des notations

| | |
|----------------------------------|---|
| PVD | Dépôt Physique en phase Vapeur |
| CVD | Dépôt Chimique en phase Vapeur |
| e | Profondeur de nitruration |
| Pm3m | Structure cubique primitive interpénétrée |
| Np | Potentiel niturant |
| P63/mmc | Système hexagonal |
| J_D | Densité de flux |
| D | Coefficient de diffusion |
| ΔH_d | Enthalpie de diffusion |
| R | Constante des gaz parfaits |
| T | Température |
| ΔG_0 | Enthalpies libres |
| ΔS | Entropie de formation |
| σ_D | Limite d'endurance de l'acier nitruré |
| σ_D^0 | Limite d'endurance de l'acier non nitruré |
| Z_n | Profondeur de nitruration |
| σ_{lim} | Limite d'endurance en fatigue du matériau nitruré, |
| δ | Epaisseur de la couche durcie |
| σ_h | Contrainte appliquée à l'interface cœur/couche nitrurée |
| F_f | Force de frottement |
| F_N | Force normale |
| λ | Longueur d'onde |
| n | Ordre de la réflexion |

Liste des Figures

CHAPITRE 1: NOTIONS FONDAMENTALES DES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES PAR NITRURATION

| | |
|--|----|
| Figure I.1. Installation de nitruration en bain de sel. | 5 |
| Figure I.2. Types de pièces traités par la nitruration en bain de sel..... | 7 |
| Figure I.3. Four vertical de nitruration gazeuse. | 9 |
| Figure I.4. Types de pièces traités par la nitruration gazeuse..... | 10 |
| Figure I.5. Four de nitruration ionique..... | 12 |
| Figure. I.6. Types de pièces traités par la nitruration ionique..... | 13 |

CHAPITRE II : ASPECTS METALLURGIQUES DES ACIERS NITRURES

| | |
|---|----|
| Figure II.1. Micrographie optique de la surface nitrurée. | 20 |
| Figure II.2. Micrographie du fer pur nitruré en bain de sel à 580°C/1h. | 21 |
| Figure II.3. Micrographie du fer pur nitruré sous plasma..... | 21 |
| Figure II.4. Micrographie du fer pur nitruré en bain de sel à 580°C/2h. | 22 |
| Figure II.5. Micrographie du fer pur nitruré sous plasma à 500°C/3h..... | 22 |
| Figure II.6. Micrographie du couche de diffusion du fer nitruré sous plasma à 500°C/8h . | 23 |
| Figure II.7. Diagramme d'équilibre fer-azote. | 25 |
| Figure II.8. Diagramme de Lehrer du système fer-azote. | 26 |
| Figure II.9. Diagramme ternaire Fer- Azote- Carbone à 570°C. | 27 |
| Figure II.10. Structure du nitrure γ' - Fe ₄ N | 28 |
| Figure II.11. Structure du nitrure ϵ - Fe ₂₋₃ N..... | 29 |
| Figure II.12. Schématisation de la précipitation du CrN dans la matrice ferritique, en relation de semi-cohérence avec la matrice ferritique, selon les relations de Baker-Nutting..... | 35 |
| Figure II.13. Schéma 2D représentant le CrN en semi-cohérence avec la matrice ferritique (écart à la cohérence de 2,5% , 45% suivant la direction orthogonale). | 35 |
| Figure II.14. Représentation schématique de précipités dans l'état solide, a : cohérence avec la matrice ; b : semi cohérence; c : incohérence. | 36 |

CHAPITRE III : COMPORTEMENT MECANIQUE DES ACIERS NITRURES

| | |
|---|----|
| Figure III.1. Influence de la nature des éléments d'addition sur les profils de microdureté. | 42 |
| Figure III.2. Schématisation de la génération des contraintes résiduelles d'un échantillon nitruré. | 43 |
| Figure III.3. Courbes contraintes/déformations avant et après la nitruration. | 44 |
| Figure III.4. Représentation schématique de la superposition des contraintes résiduelles et des contraintes appliquées (cas de la flexion). | 46 |

| | |
|--|----|
| Figure III.5. Relation entre la Limite d'endurance en fatigue d'un acier En40B nitruré ioniquement par plasma et $D/(D-2\delta)$, D est le diamètre de l'échantillon et (δ est la profondeur de nitruration). | 47 |
| Figure III.6. Représentation schématique du site d'amorçage de fissure lors d'essai de fatigue en flexion (d'après Mittemeijer) | 48 |
| Figure III.7. Coefficient de frottement en fonction du temps, (a) pour l'acier 42CrMn4, (b) pour l'acier 20MnCr5, (c) pour l'acier 32CrMoV13. | 50 |
| Figure III.8. Perte en masse en fonction parcours, cas (non traité, traité par nitruration). .. | 51 |

CHAPITRE IV : MATERIAU ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

| | |
|---|----|
| Figure IV.1. Diagrammes TTT de 42CrMo4. | 54 |
| Figure IV.2. Diagrammes CCT de 42CrMo4. | 55 |
| Figure IV.3. SOLARIS CCD PLUS. | 56 |
| Figure IV.4. Lectures pour l'analyse chimique de l'acier 42CrMo4. | 56 |
| Figure IV.5. Four électrique de trempe. | 57 |
| Figure IV.6. Bain d'huile. | 57 |
| Figure IV.7. Cycle du traitement thermique de trempe | 57 |
| Figure IV.8. Four électrique de revenu. | 58 |
| Figure IV.9. Cycle du traitement d'amélioration (Trempe + revenu). | 58 |
| Figure IV.10. Paniers d'acier inoxydable. | 60 |
| Figure IV.11. Four à cuve de préchauffe | 60 |
| Figure IV.12. Bain de four DEGUSSA | 60 |
| Figure IV.13. Paramètres de four | 60 |
| Figure IV.14. Les produits chimiques de bain | 61 |
| Figure IV.15. Cycle du traitement thermique de Nitruration. | 62 |
| Figure IV.16. Bain de refroidissement d'huile. | 63 |
| Figure IV.17. Bain de nettoyage d'eau alcaline | 63 |
| Figure IV.18. Polisseuse a papiers abrasifs.. | 64 |
| Figure IV.19. Polisseuse a pate diamanté. | 64 |
| Figure IV.20. Microscope optique de type GA-120. | 65 |
| Figure IV.21. Schéma de principe de la microscopie électronique à balayage.. | 66 |
| Figure IV.22. JOEL JSM-6060 LA. | 66 |
| Figure IV.23. Réflexion des rayons X dans le matériau | 67 |
| Figure IV.24. Principe et conduite de l'essai de Vickers | 68 |
| Figure IV.25. Digital Micro Vickers Hardiness Tester (Model: HVS-1000Z à pénétration Vickers). | 69 |
| Figure IV.26. Représentation d'une courbe de traction | 70 |

| | |
|---|----|
| Figure IV.27. Représentation dimensionnelle des éprouvettes utilisées | 71 |
| Figure IV.28. Eprouvettes de traction de 42CrMo4 avant et après nitruration | 71 |
| Figure IV.29. Machine utilisée pour les essais de traction | 71 |
| Figure IV.30. Principe de l'essai de résilience | 72 |
| Figure IV.31. Géométrie des éprouvettes de résilience | 73 |
| Figure IV.32. Eprouvettes de résilience de 42CrMo4 avant et après nitruration | 73 |
| Figure IV.33. Machine utilisée pour les essais de résilience | 74 |
| Figure IV.34. Tribomètre (Bille-Disque/Pion-Disque)..... | 75 |
| Figure IV.35. Schéma de principe de l'essai d'usure par frottement | 75 |
| Figure IV.36. Echantillons utilisés avant et après nitruration | 75 |
| Figure IV.37. Micro-mesure STIL, model MPLS 180 | 76 |
| Figure IV.38. Rugosité moyenne arithmétique | 77 |
| Figure IV.39. Rugosité moyenne quadratique | 77 |
| Figure IV.40. Rugosité totale maximale | 78 |

CHAPITRE V : RESULTATS ET DISCUSSIONS

| | |
|---|----|
| Figure V.1. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration et après trempe et revenu (Nital 3%). | 80 |
| Figure V.2. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel à 580°C durant 2h. | 80 |
| Figure V.3. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 nitruré à 580°C pendant 6h..... | 82 |
| Figure V.4. Micrographie MEB montrant l'évolution de la couche blanche dans l'acier 42CrMo4 après et avant la nitruration en bain de sel : (a) brut ; (b) nitruré 1h ; (c) nitruré 2h ; (d) nitruré 3h. | 83 |
| Figure V.5. Micrographies de l'évolution de la couche de combinaison en fonction du temps de nitruration de l'acier 42CrMo4 nitruré à 580 °C, (a) nitruré 4h ; (b) nitruré 5h ; (c) nitruré 6h ; (d) nitruré 7h ; (e) nitruré 8h ; (f) nitruré 9h ; (g) nitruré 10h. | 84 |
| Figure V.6. Diffractogrammes DRX d'échantillons nitrurés à 580 °C pendant 2h. | 85 |
| Figure V.7. Diffractogrammes DRX d'échantillons nitrurés à 580 °C pendant 6h. | 86 |
| Figure V.8. Diffractogrammes DRX d'échantillons nitrurés à 580 °C pendant 10h. | 86 |
| Figure V.9. Variation de l'épaisseur de la couche de combinaison en fonction du temps à différentes températures | 87 |
| Figure V.10. Variation de l'épaisseur de la couche de combinaison en fonction du températures à différentes durées. | 88 |

| | |
|--|-----|
| Figure V.11. Variation de l'épaisseur de la couche de diffusion en fonction du temps à différentes températures | 88 |
| Figure V.12. Variation de l'épaisseur de la couche de diffusion en fonction du températures à différentes durées..... | 89 |
| Figure V.13. les empreintes superficielles d'indentation de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration | 91 |
| Figure V.14. Courbe de microdureté à la surface pour cinq éprouvettes avant la nitruration | 91 |
| Figure V.15. les empreintes d'indentation à la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration | 92 |
| Figure V.16. Courbe de microdureté à la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration | 93 |
| Figure V.17. les empreintes superficielles d'indentation de l'acier 42CrMo4 après la nitruration à 580°C durant 10 h | 94 |
| Figure V.18. Courbe de dureté à la surface pour cinq éprouvettes après la nitruration à 580°C durant 10h. | 94 |
| Figure V.19. les empreintes d'indentation de la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 après la nitruration | 95 |
| Figure V.20. Courbe de microdureté à la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 après la nitruration..... | 96 |
| Figure V.21. Variation de la dureté de la surface de 42CrMo4 sous la nitruration en fonction du temps à différentes températures. | 97 |
| Figure V.22. Profils de microdureté des pièces nitrurées pendant 1 h jusqu'à 10h à 520 °C. | 98 |
| Figure V.23. Profils de microdureté des pièces nitrurées pendant 1 h jusqu'à 10h à 580 °C.. | 98 |
| Figure V.24. Profils de microdureté des pièces nitrurées en fonction de temps à 520°C..... | 99 |
| Figure V.25. Profils de microdureté des pièces nitrurées en fonction de temps à 580°C | 99 |
| Figure V.26. Courbes conventionnelles de traction de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration (Epreuve N°1) | 100 |
| Figure V.27. Courbes conventionnelles de traction de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration (Epreuve N°2) | 100 |
| Figure V.28. Courbes conventionnelles de traction de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration (Epreuve N°3) | 101 |
| Figure V.26. Courbes conventionnelles de traction de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration (Epreuve N°4) | 101 |
| Figure V.30. Résultats des essais de résilience à entaille (U)..... | 103 |
| Figure V.31. Résultats des essais de résilience à entaille (V) | 103 |
| Figure V.32. Coefficient de frottement en fonction du temps pour l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration | 105 |

| | |
|--|-----|
| Figure V.33. Perte en masse en fonction parcours avant et après nitruration | 106 |
| Figure V.34. Perte en masse en fonction du temps avant et après nitruration | 106 |
| Figure V.35. Histogramme comparatif des coefficients d'usure avant et après nitruration | 108 |
| Figure V.36. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration | 109 |
| Figure V.37. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration | 109 |
| Figure V.38. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (1h) | 109 |
| Figure V.39. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (1h) | 109 |
| Figure V.40. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (2h) | 110 |
| Figure V.41. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (2h) | 110 |
| Figure V.42. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (3h) | 110 |
| Figure V.43. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (3h) | 110 |
| Figure V.44. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (4h) | 110 |
| Figure V.45. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (4h) | 110 |
| Figure V.46. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (5h) | 111 |
| Figure V.47. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (5h) | 111 |
| Figure V.48. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (6h) | 111 |
| Figure V.49. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (6h) | 111 |
| Figure V.50. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (7h) | 111 |
| Figure V.51. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (7h) | 111 |
| Figure V.52. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (8h) | 112 |
| Figure V.53. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (8h) | 112 |
| Figure V.54. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (9h) | 112 |
| Figure V.55. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (9h) | 112 |
| Figure V.56. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (10h) | 112 |
| Figure V.57. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (10h) | 112 |
| Figure V.58. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration en bain de sel | 113 |
| Figure V.59. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant une heure | 113 |
| Figure V.60. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 2h | 113 |
| Figure V.61. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 3h | 114 |
| Figure V.62. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 4h | 114 |

| | |
|---|-----|
| Figure V.63. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 5h | 114 |
| Figure V.64. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 6h | 114 |
| Figure V.65. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 7h | 115 |
| Figure V.66. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 8h | 115 |
| Figure V.67. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 9h | 115 |
| Figure V.68. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 10h | 115 |
| Figure V.69. Variation de la rugosité Ra, Rz et Rq de 42CrMo4 en fonction du temps de la nitruration en bain de sel à 580°C | 116 |

Liste des Tableaux

CHAPITRE 1: NOTIONS FONDAMENTALES DES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES PAR NITRURATION

| | |
|---|----|
| Tableau I.1. Eléments de comparaison des procédés de nitruration | 15 |
| Tableau I.2. Avantages et inconvénients des procédés de nitruration | 16 |

CHAPITRE II : ASPECTS METALLURGIQUES DES ACIERS NITRURES

| | |
|--|----|
| Tableau II.1. Caractéristiques cristallographiques des phases du système fer-azote | 26 |
| Tableau II.2. Caractéristiques cristallographiques des phases. | 31 |

CHAPITRE IV : MATERIAU ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

| | |
|---|----|
| Tableau IV.1. Equivalences principales de 42CrMo4..... | 53 |
| Tableau IV.2. Composition chimique (en % massique) de l'acier 42CrMo4 | 56 |
| Tableau IV.3. Les caractéristiques techniques des fours de traitements thermiques | 59 |
| Tableau IV.4. Les caractéristiques techniques de four en bain de sel | 63 |

CHAPITRE V : RESULTATS ET DISCUSSIONS

| | |
|---|-----|
| Tableau V.1. Résultat micro-dureté Vickers à la surface avant nitruration | 90 |
| Tableau V.2. Résultats de la micro-dureté Vickers (avant nitruration) prise de la surface vers le cœur..... | 92 |
| Tableau V.3. Résultat micro-dureté Vickers à la surface après nitruration | 93 |
| Tableau V.4. Résultats de micro-dureté Vickers de la surface vers le cœur après nitruration | 95 |
| Tableau V.5. Propriétés mécaniques de l'acier brut et nitruré | 101 |
| Tableau V.6. Résultats des essais de résilience (KU) à entaille (U) avant et après nitruration. | 102 |
| Tableau V.7. Résultats des essais de résilience (KV) à entaille (V) avant et après nitruration | 103 |
| Tableau V.8. les valeurs du coefficient de frottement avant et après nitruration | 104 |
| Tableau V.9. Coefficient d'usure Ku | 107 |

INTRODUCTION

GENERALE

Introduction générale

De nos jours, la plupart des pièces métalliques sont soumises à des sollicitations mécaniques et environnementales de plus en plus sévères surtout en industrie. Elles sont alors exposées aux différents endommagements (fatigue, vieillissement, etc ...). De plus, les normes de qualité imposent généralement une durée de vie bien garantie, il est alors difficile de concevoir des pièces qui aient la résistance mécanique demandée et qui conservent au même temps une bonne propriété mécanique et tribologique. Une des solutions proposées se sont les traitements thermochimiques qui permettent d'ajuster séparément la résistance mécanique (propriété du cœur du matériau) et la tenue aux dégradations extérieures en protégeant la surface. En effet, le concept de ces traitements thermochimiques a pris aujourd'hui une place prépondérante dans la science des matériaux. C'est pour cela que l'industrie fait appel à des matériaux spécifiques qui s'adaptent aux besoins de chaque étape d'usinage.

Ces traitements thermochimiques représentent un ensemble de techniques mettant en œuvre des réactions hétérogènes gaz/solide ou liquide/solide généralement sur des alliages ferreux et permettent d'améliorer leurs propriétés de surface. Les propriétés généralement requises sont celles qui permettent de résister à des sollicitations impliquant simultanément plusieurs phénomènes, tels que : résistance à la fatigue, au frottement, résistance à la corrosion, à l'abrasion et qui présentent une dureté très élevée. Parmi ces traitements de surface, la nitruration en bain de sel est l'une des plus importantes techniques qui permet un durcissement de surface. Elle permet d'introduire à la surface du matériau de l'azote et du carbone à des températures comprises entre 500 et 600 °C.

Notre objectif repose sur une étude des comportements mécaniques des aciers nitrurés tels que (42CrMo4) qui est un acier faiblement allié, largement utilisé dans l'industrie automobile, l'aéronautique et aussi dans la fabrication des outils.

Le travail que nous avons présenté s'articule sur cinq chapitres :

- Dans le premier chapitre, consacré à des notions fondamentales des traitements thermochimiques par nitruration, nous avons présenté les différents types de procédés de nitruration, ainsi que leurs principes ; et nous avons enchaîné par divers modes de nitruration à savoir la nitruration gazeuse et ionique. Par ailleurs, une comparaison des différents procédés a été mise en évidence.
- Dans le deuxième chapitre, nous avons mis l'accent sur les aspects métallurgiques des aciers nitrurés c'est-à-dire : microstructure d'une surface nitrurée, les mécanismes de formation des couches nitrurées et la structure des couches nitrurées et surtout la formation des précipités au sein des aciers grâce au phénomène de la diffusion.
- Dans le troisième chapitre, nous avons mené une étude plus détaillée sur le comportement mécanique des aciers nitrurés: comportement en traction, comportement en fatigue et comportement des caractéristiques tribologiques durant la nitruration.
- Dans le quatrième chapitre, nous avons débuté notre étude par la présentation du matériau étudié, puis nous avons enchaîné avec une description détaillée des traitements appliqués. Comme nous avons pris en considération les différentes procédures expérimentales utilisées durant la caractérisation structurale et comportement mécanique tels que : la dureté, la traction, la résilience, la tribologie et la rugosité.
- Quant au cinquième et dernier chapitre, nous l'avons consacré à l'ensemble des résultats obtenus et leurs interprétations.

CHAPITRE I

Notions fondamentales des traitements thermochimiques par nitruration

I.1. Introduction

Les traitements superficiels concernent une vaste famille de procédés dont l'objectif est d'augmenter les performances mécaniques des pièces traitées. Cette famille est caractérisée par des procédés traditionnels, comme la nitruration, qui fait actuellement l'objet de nombreux développements consécutifs aux exigences de plus en plus sévères des concepteurs :

- développements techniques : meilleure maîtrise des procédés ;
- développements technologiques : industrialisation de nouveaux procédés (plasma, basse pression, etc.) ;
- apparition de nouveaux procédés (oxynitrurations, sulfonitrocarburation, etc.).

Il est bien établi que les couches durcies en surface par les traitements thermochimiques améliorent la tenue en fatigue et la résistance à l'usure et au frottement ainsi que les propriétés de corrosion [1,2]. Ces couches sont caractérisées par une bonne résistance mécanique et par la présence de contraintes résiduelles de compression, équilibrées par des contraintes de traction d'un niveau très faible dans un cœur moins dur et plus ductile [3,4].

I.2. Procédés de nitruration

La nitruration est un traitement thermochimique destiné à améliorer les propriétés mécaniques (résistance à la fatigue, dureté, tenue à l'usure) ou chimiques (tenue à la corrosion) des matériaux [5-8].

Tous les matériaux pouvant former des nitrures sont susceptibles d'être nitrurés. Même si quelques applications intéressantes ont été décrites pour le titane et l'aluminium, les nitrurations s'appliquent presque exclusivement aux aciers et fontes.

Comparée aux autres traitements thermochimiques de durcissement, la nitruration présente l'avantage de ne modifier que très faiblement les géométries et l'état de surface des pièces traitées.

La nitruration thermique est une technique très employée industriellement, mais elle présente des limitations qui sont la faible vitesse (>100 heures de traitement) et la température de traitement (300 - 600 °C). De nouvelles techniques ont été développées pour dépasser ces limitations, à savoir la nitruration ionique (par plasma), nitruration basse pression ou nitruration au potentiel flottant [9].

I.3. Principe de nitruration

De manière générale le traitement de nitruration consiste à plonger les pièces dans un milieu susceptible de céder de l'azote à la surface, à une température comprise entre 300 et 580 °C où l'azote peut diffuser de la surface vers le cœur de la pièce. Les procédés les plus couramment utilisés sont la nitruration en bain de sel, la nitruration gazeuse, la nitruration ionique. Cette dernière technique est la plus récente et bien qu'elle nécessite un investissement en équipement élevé, elle présente par rapport aux autres techniques, certains avantages comme des durées ou des températures de traitements plus faibles. La nitruration est de plus en plus utilisée pour des applications industrielles en remplaçant le traitement de cémentation. Lorsque des pièces mécaniques exigent des tolérances dimensionnelles de grandes précisions et qu'elles nécessitent néanmoins un traitement thermochimique de durcissement superficiel, la nitruration apparaît comme le meilleur compromis. Le traitement s'effectuant sans changement allotropique du fer, les déformations résiduelles et le gonflement des pièces restent faibles [10,11].

I.4. Les modes de nitruration

I.4.1. La nitruration en bain de sel

Les nitrurations en bain de sel consistent à immerger les pièces à traiter dans des mélanges à base de cyanates et de carbonates alcalins en fusion. La gamme de traitement comprend un dégraissage soigné et un préchauffage éventuel puis un maintien dans le bain de nitruration. Le traitement est suivi d'une étape de refroidissement qui peut être réalisée dans divers milieux (sels, eau, huile, gaz) selon les critères d'aspect désirés et en fonction de l'acier traité pour éviter les risques de déformation ou de tapure des pièces par choc thermique.

Après refroidissement, il est fréquent d'effectuer un léger nettoyage mécanique par polissage ou par projection de microbilles de verres.

Le matériel utilisé est constitué d'un four (Figure I.1) contenant un creuset métallique pour le bain de nitruration. Le matériau du creuset est généralement un inconel 600 ou un acier inoxydable selon les préconisations des fournisseurs des sels. Le chauffage au bain peut être réalisé à l'aide de thermoplongeurs gainés titane ou via l'extérieur par des résistances électriques ou de brûleurs à gaz de type tangent. Le bain est agité et aéré par insufflation d'air comprimé asséché ou par utilisation d'un surpresseur. L'air est introduit par un tube métallique plongeant dans le bain. Un dispositif de décrassage ou de filtration en continu permet de

maintenir l'état de propreté du bain en le débarrassant d'éventuelles particules insolubles. Parailleurs, la maintenance à l'aide de sels de mise à niveau et de sels de régénération se fait généralement en continu à l'aide de systèmes automatisés. Pour être traitées, les pièces sont placées sur des cadres, dans des paniers voire même des tonneaux réalisés du même métal que le creuset ou, à défaut, en acier doux mais dans ce cas leur durée de vie est limitée.

L'azote atomique est apporté par la décomposition du cyanure (CNO^-), principal constituant des bains de carbonitrurations, dont les réactions chimiques sont largement décrites dans la littérature [12,13]. Les schémas réactionnels, proposés sur la base d'observations expérimentales, prennent compte de l'évolution des compositions et permettent d'établir des abaques pour la conduite des procédés. Les développements récents de moyens d'analyse in-situ ont permis d'approfondir la compréhension de ces milieux et de préciser d'une part le rôle de l'oxygène apporté par l'air d'agitation et, d'autre part, des ions oxydes produits par la décomposition des carbonates. Il en résulte un meilleur contrôle des procédés qui offrent aujourd'hui plus de souplesse d'utilisation que par le passé. En effet, actuellement il est possible d'ajuster la structure de la couche de combinaison dont le taux de porosité est contrôlé et peut varier, suivant l'application de 0 à 50% [14].



Figure I.1. Installation de nitruration en bain de sel

Du point de vue de l'impact des procédés en sels fondus sur l'environnement, d'énormes progrès ont été accomplis pour le respect du milieu naturel. Les installations modernes de traitement gèrent parfaitement les rejets de toute nature.

Les effluents gazeux sont soit récupérés sur des laveurs de gaz soit minimisés pour être aux normes grâce aux systèmes de régénération automatique en continu. Les postes de rinçage sont organisés en cascade inverse et la cuve de tête est reliée à un système d'évapo-condensation qui permet de revaloriser les eaux usées. Par ailleurs, des systèmes de recyclage des effluents solides permettent de réduire de façon très significative le volume des déchets ultimes. Enfin, les avancées réalisées dans la maîtrise des mécanismes chimiques permettent d'espérer à court terme de pouvoir disposer de nouvelles formulations minimisant les quantités d'effluents liquides et solides.

I.4.1.1. Avantages de la nitruration en bain de sel

L'objectif principal du traitement de nitruration en bain de sel est d'améliorer les caractéristiques de résistance au frottement des composants. La couche de combinaison présente une amélioration significative de la résistance à l'usure adhésive. Avec l'introduction d'azote dans la zone diffusée, les propriétés de fatigue sont améliorées. Un avantage supplémentaire de ce processus est la déformation minimale due au cycle court en phase ferritique [15-17].

I.4.1.2. Applications de la nitruration en bain de sel

La nitruration en bain de sel est appliquée à un vaste éventail de composants d'ingénierie, tel que les engrenages destinés à l'industrie textile, les entretoises de culbuteurs, les blocs-cylindres, les pompes et gicleurs (Figure I.2), qui sont traités pour leurs propriétés de résistance à l'usure. Les vilebrequins et les arbres de transmission sont traités afin d'améliorer leurs propriétés de résistance à la fatigue [18-20].

Les applications courantes incluent les broches, les cames, les matrices, les tiges de piston hydrauliques et les composants métalliques en poudre.

Présentation des applications à succès :

- Rondelles pour l'industrie automobile
- Courses et cônes pour les roulements du commerce
- Divers types d'outillage, y compris les matrices



Figure I.2. Types de pièces traités par la nituration en bain de sel [21]

I.4.2. La nituration gazeuse

La nituration gazeuse est un procédé de durcissement au moyen d'introduction de l'azote sur la surface d'une pièce en alliage ferreux, en fixant le métal à une température adéquate en association avec un gaz permettant la diffusion de l'azote dans le métal qui est habituellement de l'ammoniac. Une trempe n'est pas nécessaire pour l'obtention d'un durcissement superficiel. La température de nituration pour tous les aciers est comprise entre 495 et 565°C.

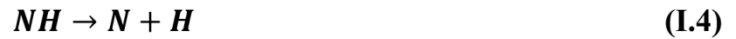
Les principales raisons pour une nituration sont :

- Obtenir une haute dureté en surface
- Accroître la résistance à l'usure
- Augmenter la durée de vie
- Améliorer la résistance à la corrosion (excepté pour les aciers inoxydables)
- Maintenir une stabilité dimensionnelle

Du gaz ammoniac est injecté dans un four étanche à moufle métallique (four pot ou four cloche) doté d'un brassage parfait de l'atmosphère et d'une précision élevée de la température. L'atmosphère est en légère surpression et le débit du gaz dans le four à une température donnée et pour une charge de pièces déterminée, fixe le taux de dissociation de l'ammoniac selon la réaction:



Seule la fraction de gaz non dissociée aura une action nitrurante selon le mécanisme suivant :
Au contact de l'acier la molécule de NH_3 subit un craquage catalytique en NH_2 , NH , N et H :



Une partie d'azote naissante diffuse à la surface de l'acier, tandis qu'une autre partie est désorbée pour reconduire à la formation de la molécule N_2 . La diffusion d'azote dans le matériau dépend de la concentration locale en azote atomique.

La phase α étant très rapidement saturée en azote, les phases γ' (Fe_4N) ou ε (Fe_{2-3}N) apparaissent par nucléations localisées. Ces phases croissent tandis que l'azote continue à diffuser dans l'acier. La croissance de γ' et ε conduit à la formation de la couche de combinaison alors que celle-ci alimente la zone de diffusion.

La réputation de la nitruration gazeuse à l'ammoniac est de produire des couches de combinaison (couche blanche) dont l'épaisseur et la structure cristallographique qui sont mal maîtrisées, nécessitent leur élimination par rectification. Cette absence de contrôle de la couche blanche est réelle si on ne maîtrise pas les paramètres de pilotage du traitement (température et potentiel nitrurant). Il est possible, dans une certaine mesure, de maîtriser la réalisation des couches blanches et en particulier de former des couches stratifiées avec ε en surface et γ' en sous-couche. Cette configuration est moins sensible aux phénomènes de fragilité des couches biphasées.

Pour la couche de diffusion, elle dépend essentiellement du temps, de la température et du potentiel azote.

Sur les aciers à outils pour travail à chaud, la profondeur nitrurée ne doit pas dépasser 300 μm , afin de ne pas favoriser la fissuration superficielle. Sur les aciers de construction, elle est choisie en fonction des sollicitations et des nécessités éventuelles de rectification après traitement [22,23].

La nitruration en phase gazeuse s'effectue dans des fours de type cloche ou puits équipés d'un dispositif de circulation forcée des gaz composants l'atmosphère nitrurante (Figure I.3).

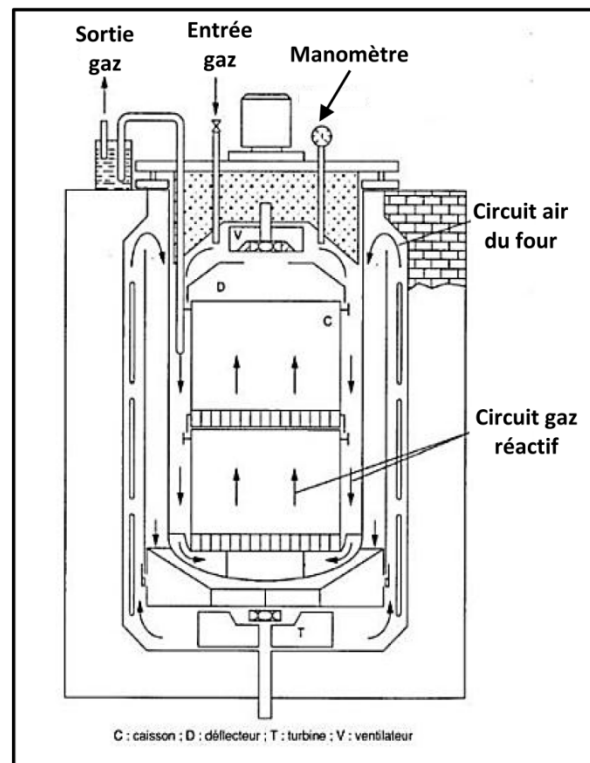


Figure I.3. Four vertical de nitruration gazeuse [24]

I.4.2.1. Avantages de la nitruration gazeuse

Préférée pour les composants qui sont soumis à des charges lourdes, la nitruration permet d'obtenir une dureté élevée de la surface favorisant une haute résistance à l'usure, au frottement, à l'abrasion et au grippage. La résistance à la fatigue est augmentée principalement par le développement des contraintes compressives de surface. La vaste plage de températures possibles et les profondeurs de couche nitrurée permettent à la nitruration gazeuse d'être utilisée pour un large champ d'application grâce à son ajustement des différentes propriétés des pièces traitées [25].

I.4.2.2. Applications de la nitruration gazeuse

Les applications concernées sont les engrenages, les vilebrequins, les arbres à cames, les poussoirs de cames, les pièces de soupape, les ressorts, les vis de boudineuse, les outils de moulage sous pression, les matrices de forge, les matrices d'extrusion de l'aluminium, les injecteurs et les outils de moulage en plastique (Figure I.4).

La nitruration est plus efficace lorsqu'elle est appliquée à la gamme des aciers contenant des éléments permettant la formation de nitrure, comme le chrome, le molybdène, le vanadium et l'aluminium. Le processus est également applicable aux aciers d'outillage tels que les aciers de travail à chaud, de travail à froid et les aciers de moule. Pour une application à basse température nous pouvons citer la nitruration des aciers à ressorts qui sert à prolonger l'endurance de ces ressorts utilisés dans l'industrie d'automobile. En général, tous les matériaux ferreux peuvent être nitrurés au gaz avec une teneur en chrome pouvant aller jusqu'à 5 %. Pour une teneur plus élevée des éléments d'alliages et pour la nitruration gazeuse de l'acier inoxydable, la nitruration par bombardement ionique peut être prise en considération. Par contre, la nitruration gazeuse des aciers frittés à faible densité n'est pas recommandée [26,27].

Pour des résultats optimaux, le matériau doit être pré-traité (trempe et revenu) avant la nitruration gazeuse.



Figure I.4. Types de pièces traités par la nitruration gazeuse [28]

I.4.3. La nitruration ionique (plasma)

Lorsqu' une différence de potentiel est imposée entre une anode et une cathode dans une atmosphère gazeuse sous faible pression, il se produit des collisions ionisantes électron - molécule et, au-delà d'un certain potentiel, un régime de décharge luminescente s'établit avec production d'espèces ionisées au voisinage de la cathode.

Les conditions d'établissement de cette décharge dépendent de la nature des gaz et de la pression dans l'enceinte.

Le plasma est constitué d'espèces: ions, neutres, excités, dérivés du ou des gaz introduits; il constitue un milieu actif fortement agité et doté d'une énergie importante. Il a pour effet de:

- Créer à la surface des pièces un effet thermique par dissipation de l'énergie cinétique des ions en énergie thermique lors de leurs collisions à la surface des pièces; selon l'énergie employée pour produire le plasma, celui-ci sera plus au moins chaud et pourra suffire à obtenir une température convenable pour le traitement à effectuer;
- décaper par pulvérisation cathodique en arrachant, grâce à l'énergie cinétique des ions, des atomes superficiels du métal; l'effet de ce décapage est de provoquer un nettoyage des surfaces en les amenant à un état physiquement propre, notamment en éliminant la couche de passivation, et les rendent ainsi très réactives;
- générer des espèces réactives vis-à-vis de la surface à traiter. À l'approche de la cathode les ions vont être fortement accélérés en raison de l'intensité du champ électrique à cet endroit. Les ions et les éléments neutres rapides vont ainsi bombarder la cathode et la chauffer. Ce bombardement provoque une émission électronique secondaire ainsi que la pulvérisation à la surface.

Dans la pratique, pour réaliser un plasma dans un four (Figure I.5), on utilise l'enceinte de ce dernier comme un tube à décharge dans lequel la cathode est le support des pièces à traiter et l'anode les parois du four. Pour obtenir la décharge luminescente, il est nécessaire d'installer, par pompage, une pression réduite dont la valeur dépend du mélange gazeux. Après avoir réalisé un niveau de vide inférieur à celui du fonctionnement, on introduit un gaz plasmagène pour atteindre une pression généralement comprise entre 1 et 500000 Pa. Une différence de potentiel comprise entre 300 et 1000 V, produite grâce à un générateur d'énergie, est appliquée entre la cathode et l'anode. Il se développe ainsi un plasma luminescent au voisinage de la surface des pièces. Le problème qui se pose avec ce type d'équipement, en cas d'instabilité de la décharge et de perturbations dues au dégazage du métal et/ou à la présence de polluant sur les surfaces, est qu'il se forme des arcs électriques provoquant des brûlures dues à la concentration de toute l'énergie fournie en un seul point.

Pour cette raison, on utilise des générateurs à coupure d'arc ou à énergie à haute fréquence (par exemple 800 Hz) créant des coupures et des réallumages du plasma en quelques dizaines de microsecondes. Les micro-arcs produits participent au décapage et à l'activation des

surfaces sans risques de brûlure. La régulation de la température des pièces se fait par mesure à partir d'un thermocouple placé dans une pièce ou dans un échantillon témoin.

La pression qui règne dans le four est un paramètre essentiel pour la stabilité du plasma et surtout pour son activité. Celle-ci sera contrôlée, réglée et pilotée selon des données expérimentales propres à chaque morphologie de pièce et de charge [29,30].



Figure I.5. Four de nitruration ionique

I.4.3.1. Avantages de la nitruration ionique

Les avantages des processus de nitruration gazeuse peuvent être améliorés par la nitruration ionique. Particulièrement lorsqu'elle est appliquée aux aciers fortement alliés, la nitruration ionique permet d'obtenir une dureté élevée de la surface favorisant une haute résistance à l'usure, au frottement, à l'abrasion et au grippage. La résistance à la fatigue est augmentée principalement par le développement des contraintes compressives de surface. La nitruration ionique est un choix intelligent lorsque les pièces doivent avoir des zones nitrurées et douces. La possibilité de produire une couche de diffusion sans la présence de la couche de combinaison est souvent utilisée dans la nitruration ionique avant un revêtement PVD ou CVD. A cet effet, les couches ainsi produites présentent des duretés désirées [31,32].

I.4.3.2. Applications de la nitruration ionique

Les applications concernées sont les engrenages, les vilebrequins, les arbres à cames, les poussoirs de cames, les pièces de soupape, les vis de plastification, les outils de moulage sous pression, les matrices de forge, les outils de formage à froid, les injecteurs et les outils d'injection plastique, les arbres longs, les axes, les embrayages et les pièces de moteur (Figure I.6). La nitruration et la nitro-carburation ionique (plasma) sont souvent préférées aux processus de gaz correspondants si un masquage est nécessaire.

La nitruration ionique est adaptée pour tous les matériaux ferreux, ainsi que les aciers frittés (grande porosité), les fers coulés et les aciers d'outillage fortement alliés, même avec des teneurs en chrome supérieures à 12 %. Les aciers inoxydables et les alliages à base de nickel peuvent être nitrurés par bombardement ionique et conserver presque toute leur résistance à la corrosion (cas de basses températures).

Quant aux applications spéciales nous pouvons citer la nitruration ionique des alliages de titane et d'aluminium. Pour les charges lourdes sur des pièces de machine de grande taille, tels que les arbres et les broches, l'utilisation d'aciers spéciaux de nitruration avec alliage d'aluminium et de chrome est très efficace, car la nitruration ionique (plasma) produit une dureté de surface de plus de 1000 HV [33,34].



Figure I.6. Types de pièces traités par la nitruration ionique [35]

I.5. Autres techniques de nitruration

De nouveaux procédés se développent actuellement, en particulier les nitrurations à basse et à haute pression, implantation ionique en immersion plasma.

Le principe du procédé de la nitruration à basse pression consiste à utiliser, comme milieu nitrurant, un mélange gazeux sous faible pression. Les composés utilisés sont à base d'ammoniac, avec des additions éventuelles de méthane (carbonitruration) et d'oxygène dont le rôle semble primordial pour le contrôle de la couche de combinaison [36].

Les principaux avantages de ce procédé se situent au niveau de la cinétique de traitement et de la simplicité et surtout du coût de mise en œuvre.

Les premiers essais relatifs à la technique de nitruration à haute pression ont été réalisés au cours de l'année 1989. Dans ce procédé, les pièces sont placées dans un four qui s'apparente à un four sous vide. Dans un premier temps un vide primaire est réalisé, puis un cycle thermique est appliqué aux pièces. Parallèlement, une atmosphère de gaz NH_3 et éventuellement N_2 est introduite dans le four.

Les traitements se font sous hautes pressions de 0,2 à 5 MPa, puis une phase de diffusion sous basses pressions. L'intérêt essentiel de ce procédé est le fort pouvoir de pénétration de l'azote et la régularité des couches obtenues [37].

L'implantation ionique en immersion plasma est une nouvelle technique de nitruration qui s'est développée à partir de 1987. Elle consiste à effectuer l'implantation directement dans le plasma. Elle permet non seulement de réduire les coûts d'équipement, mais aussi de traiter des pièces de forme complexe ou de grandes surfaces en une seule fois. Son principe est simple puisqu'il consiste à immerger un échantillon dans un plasma et à le polariser par des impulsions de haute tension négative.

Les ions du plasma sont alors implantés dans le matériau sur toutes les surfaces exposées au plasma. Cette technique est très attractive du point de vue industriel et ouvre la voie à un grand nombre d'applications. D'autre part, elle permet de réaliser des matériaux dans des conditions fortement hors d'équilibre. L'énergie des ions permet notamment le mélange dynamique des interfaces [38].

I.6. Comparaison des divers procédés

Le choix d'un procédé pour la réalisation d'un traitement est une opération difficile qui dépend de nombreux facteurs. Dans de nombreux cas, plusieurs procédés peuvent convenir d'un point de vue technique et ce sont les caractéristiques technico-économiques qui permettent de départager les solutions.

Dans cette optique, on pourra utiliser pour la comparaison des divers procédés, les données concernant les propriétés des pièces nitrurées à savoir la dureté superficielle, la résistance à l'usure et à la fatigue, la tenue à la corrosion, la tenue à chaud...etc. Une fois cette étape franchie, les particularités de certains procédés peuvent constituer autant d'avantages (ou d'inconvénients) déterminants par rapport au choix.

Dans le tableau I.1, nous avons cité quelques caractéristiques propres à chaque famille de procédés de traitement.

Tableau I.1. Eléments de comparaison des procédés de nitruration [39]

| caractéristiques | Nitruration gazeuse | Nitruration ionique | Nitruration bain de sels |
|---------------------------------------|--|--|---|
| Choix de la couche de combinaison | Oui | Oui | Non Uniquement ϵ |
| Plage de la température | 510 - 600 °C | 400 - 600 °C | 565 - 590 °C |
| Absence de couche de combinaison | Oui (difficile) | Oui (métrisable) | Non |
| Épaisseur de la couche de combinaison | Réglable en $f(T, t, \text{composition}, \text{atm})$ | Réglable en $f(T, t, \text{composition}, \text{atm})$ | Réglable en $f(t)$ |
| Profondeur de diffusion | Non limitée $f(T, t, \text{acier})$ | Non limitée $f(T, t, \text{acier})$ | Limitée à 0.25 mm Exceptionnellement 0.5 mm |
| Temps de traitement | 6 - 80 h | 1 - 60 h | < 1 - 6 h |
| Influence de la morphologie | Faible | Forte | Négligeable |
| Possibilité de réserves (protections) | Moyenne | Bonne | Mauvaise |

| | | | |
|------------------------------|----------------|------------------------|-----------------|
| Propreté aspect | Bon | Très bon | Moyen |
| Carbonitruration | Oui | Oui | Toujours |
| Carbonitruration + oxydation | Peu pratiquées | Difficile | Procédé éprouvé |
| Facteurs de coût principaux | Temps et gaz | Amortissement et temps | Sels et déchets |

Le tableau I.2, illustre le récapitulatif des principaux avantages et inconvénients des procédés de nitruration.

Tableau I.2. Avantages et inconvénients des procédés de nitruration [40]

| Procédé | avantages | inconvénients |
|--------------------------------|---|--|
| Bains de sels | Procédé éprouvé e économique Temps de traitement rapide | Recyclage des bains Gamme de température étroite Utilisation de sels fondus |
| Plasma | Réduction des effluents polluants Large gamme de température Nettoyage de la surface par bombardement ionique | Contrôle des paramètres du traitement Difficultés liées à la forme des pièces (traitement non homogène) |
| Gaz | Traitement en profondeur Traitement de grosses pièces Facilité de mise en œuvre Matériel simple, peu coûteux | Consommation de gaz élevée Utilisation de gaz toxique Gamme de température étroite |
| Post-décharge Plasma étendu | Réduction des effluents polluants (utilisation du gaz naturel: CH ₄ , N ₂) | Pas de pulvérisation de la surface Coût |

I.7. Aciers pour nitruration

Le traitement de nitruration consiste à introduire de l'azote dans les couches superficielles de l'acier ou de l'alliage par réaction chimique à la surface puis diffusion dans la masse.

Pratiquement, il est envisageable de nitrurer tous les aciers. Le choix d'un acier destiné à être nitruré doit être fait en fonction des caractéristiques recherchées sur la pièce et des conditions de réalisation de celle-ci. Les critères de choix sont divisés en deux groupes:

- Caractéristiques du cœur (résistance, trempabilité, tenue à chaud, soudabilité...),
- Caractéristiques de la couche nitrurée, (dureté, fragilité, profondeur ...).

I.7.1. Influence des éléments d'alliage

La nitruration des aciers non alliés ne présente que peu d'intérêt; le durcissement superficiel n'est que de l'ordre de 100 Hv avec une amélioration du coefficient de frottement mais avec un risque de fragilisation.

Les principaux éléments durcissants en ordre décroissant sont: aluminium, chrome, titane, molybdène, vanadium et manganèse.

La teneur en carbone, importante pour l'obtention des caractéristiques mécaniques du cœur, se situe généralement entre 0,25 et 0,45 %. Les valeurs supérieures conduisent à une structure plus fragile.

Dans les cas particuliers nécessitant un soudage, le carbone est limité à 0,15 – 0,20 %. Ainsi, dans des conditions données de nitruration, l'augmentation de cet élément favorise, au niveau de la couche de combinaison, la formation du composé ϵ [41].

❖ Aluminium

C'est l'élément provoquant le plus grand durcissement des couches nitrurées. La dureté superficielle augmente avec la teneur en aluminium. Une trop forte teneur conduit à un manque de progressivité de dureté de la surface vers le cœur sensibilisant les pièces à l'écaillage. La grande réactivité et la faible densité de l'aluminium rendent son addition délicate à l'élaboration et conduisent à la formation d'inclusions parfois gênantes tant sur les caractéristiques mécaniques que sur l'aptitude au polissage [9].

❖ Chrome

Il intervient pour une grande part dans le durcissement superficiel et dans l'obtention des caractéristiques de l'acier en augmentant particulièrement la trempabilité. Pour des teneurs supérieures à 4 % il diminue la réactivité de la surface à la nitruration et impose l'utilisation de processus activant la surface.

❖ Molybdène

Le molybdène augmente la trempabilité de l'acier et diminue la fragilisation au revenu. Il participe également au durcissement superficiel de façon sensible.

❖ Nickel

Le nickel est très utilisé pour augmenter la trempabilité des aciers. Dans le cas de la nitruration, il faut être attentif au risque de fragilisation au revenu que présentent la plupart des aciers avec nickel comme élément d'alliage principal.

❖ Vanadium

Le vanadium participe aussi au durcissement superficiel. Son intérêt est de limiter le grossissement du grain lors des traitements préalables à la nitruration et d'augmenter la résistance à l'adoucissement au revenu ; il limite la diminution des caractéristiques mécaniques par effet de revenu pendant la nitruration.

I.7.2. Nuances d'aciers de nitruration

Dès le développement industriel de la nitruration, deux catégories d'aciers spéciaux de construction ont été développées [9]:

a) Aciers Cr Al Mo

Leur composition typique est : Cr : 1,5 % - Al : 1 % - Mo : 0,25 % - C : 0,2/0,45 %. Ils sont utilisés à l'état trempé revenu pour une résistance de l'ordre de 1000 MPa. Ils permettent l'obtention de couches nitrurées de quelques centièmes de millimètre à plus de 1 mm avec des duretés superficielles de 900 à 1200 Hv.

La grande dureté superficielle est malheureusement associée à une certaine fragilité des couches superficielles en particulier sur les arêtes vives. Ces aciers sont utilisés pour des pièces devant présenter une grande résistance à l'usure sans risque de chocs pouvant provoquer des écaillages.

b) Aciers Cr Mo - Cr Mo V

Leur composition typique est : Cr : 3 % - Mo : 0,4-1 % - V : 0-0,2 % - C : 0,20-0,40 %. Ils sont utilisés à l'état trempé revenu pour une résistance de 900 à 1300 MPa. Comme pour les précédents, les couches nitrurées sont de quelques centièmes à plus de 1 mm.

Les duretés superficielles sont de 700 à 900 Hv permettant l'utilisation de ces aciers pour des pièces devant résister à l'usure en présentant une bonne ténacité et une bonne tenue en fatigue. Leur utilisation est surtout en aéronautique et en compétition automobile (fabrication des pièces fortement sollicitées telles que les vilebrequins et les pignons).

c) Aciers de construction nitrurables

Une multitude d'aciers de construction subissent une nitruration pour améliorer leur tenue au frottement et à la fatigue. Les principales catégories sont:

- ❖ 25CrMo4 à 42CrMo4
- ❖ 20MnCr5 à 27MnCr5 + éventuellement Mo
- ❖ 40CrMnMo8 à usinabilité améliorée
- ❖ 35CrNi à usinabilité améliorée
- ❖ 40CrMoV20
- ❖ Aciers doux
- ❖ Superalliage type INCO 718, TA6V

d) Aciers en développement

On peut citer:

- Les aciers de constructions permettant sur des pièces de forge, d'obtenir directement les caractéristiques mécaniques à cœur et la structure apte à la nitruration en supprimant ainsi l'opération de trempe- revenu.
- Les aciers à usinabilité améliorée permettant de réaliser, par décolletage dans des conditions économiques favorables, des pièces à partir de barres prétraitées.
- Les aciers à cinétique de nitruration améliorée permettant de réduire les cycles de nitruration de plus de 40 %, tout en conservant les caractéristiques mécaniques à cœur et de surface des aciers classiques de type 32CrMoV13.

I.8. Conclusion

Dans ce premier chapitre nous avons rappelé les notions fondamentales des traitements thermochimiques, spécifiquement la nitruration, le principe et les procédés du traitement de nitruration (Bains de sel, plasma et gazeuse) ; ensuite, nous avons fait une comparaison entre les divers procédés de nitruration. Comme nous avons mentionné aussi les caractéristiques de certains aciers pour nitruration.

CHAPITRE II

Aspects métallurgiques des aciers nitrurés

II.1. Introduction

L'objectif principal de ce chapitre est d'étudier l'influence de nitruration sur les aspects métallurgiques des aciers et présenter les mécanismes de formation des couches nitrurées (couche de combinaison et couche de diffusion), ainsi que la détermination de la nature des phases cristallines formées durant la nitruration.

II.2. Microstructure d'une surface nitrurée

Le traitement de nitruration provoque des changements métallurgiques importants dans le matériau traité et quel que soit le traitement utilisé les couches nitrurées d'aciers peuvent toujours être décrites suivant le schéma suivant (Figure II.1) [42]:

- ❖ une couche de combinaison composée en proportions variables de nitrures de fer de type γ' -Fe₄N ou ϵ -Fe₂₋₃N. L'épaisseur de cette couche située en extrême surface peut varier de 0 à 50 μm . Elle porte également aussi le nom de couche blanche à cause de son aspect métallographique après une attaque au Nital.
- ❖ une couche de diffusion dont l'épaisseur peut varier de quelques dizaines de microns à 1 mm. Dans cette zone, l'azote est principalement combiné avec les éléments d'alliages pour former des nitrures intragranulaires qui peuvent conduire à des durcissements importants selon les éléments d'alliages.
- ❖ et le cœur du matériau qui n'est pas modifié que par le traitement thermique subi durant la nitruration.

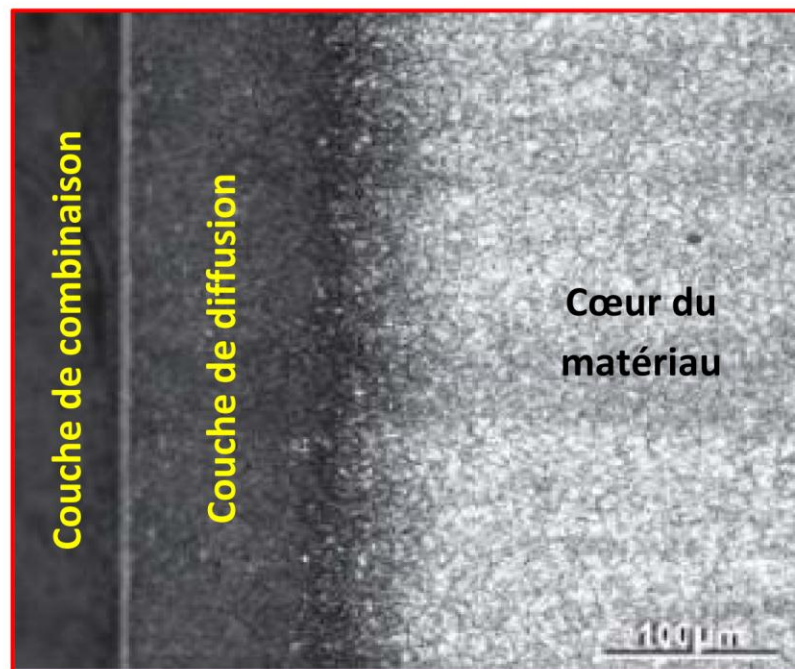


Figure II.1. Micrographie optique de la surface nitrurée [43]

II.2.1. Couche de combinaison ou couche blanche

La couche de combinaison est appelée aussi couche blanche, car c'est avec cet aspect qu'elle apparaît lorsqu'on l'observe au microscope dans les conditions les plus courantes (attaque au Nital). Dans sa version la plus complète, elle est constituée des nitrures γ' -Fe₄N ou ϵ -Fe₂₋₃N. Selon les conditions de nitruration et le matériau de base utilisé, nous pourrions obtenir [43] :

- Une absence totale de couche blanche pour les faibles apports d'azote (Figure II.2).

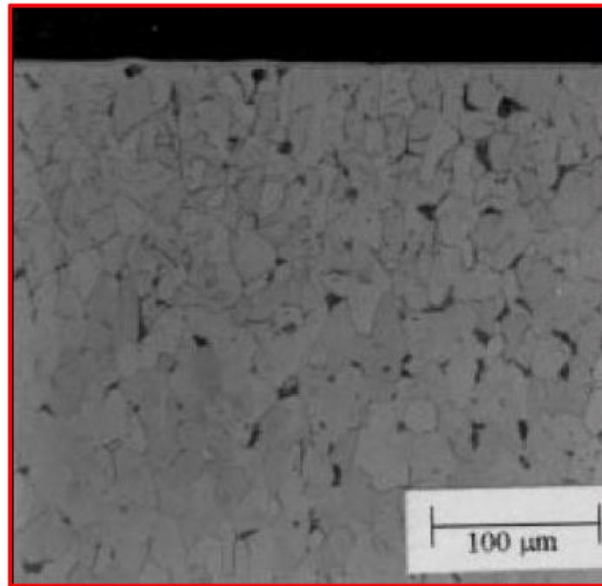


Figure II.2. Micrographie du fer pur nitruré en bain de sel à 580°C/1h [43]

- Une couche monophasée γ' -Fe₄N (Figure II.3) : si la concentration en azote est maintenue à un niveau suffisamment faible ou quasi monophasée (forte concentration en azote à 570°C).

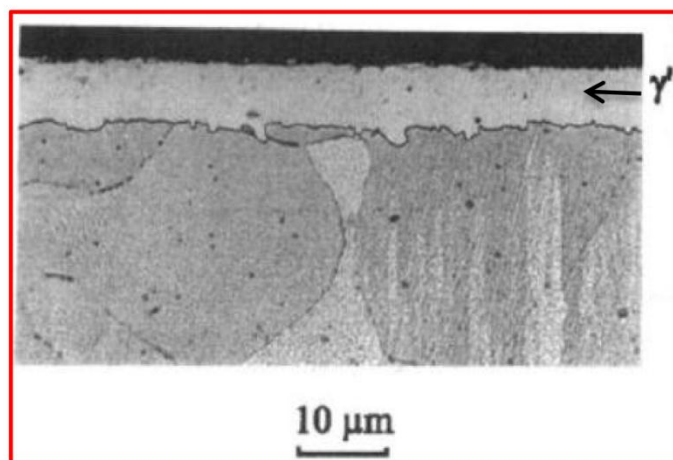


Figure II.3. Micrographie du fer pur nitruré sous plasma [43]

- Une couche monophasée ϵ , cette couche est très facilement réalisée dans les systèmes ternaires Fe-C-N, Fe-C-S, Fe-C-O avec l'ensemble des procédés de traitement. Bien souvent, des porosités sont associées à ces couches ϵ -Fe₂₋₃N (Figure II.4).

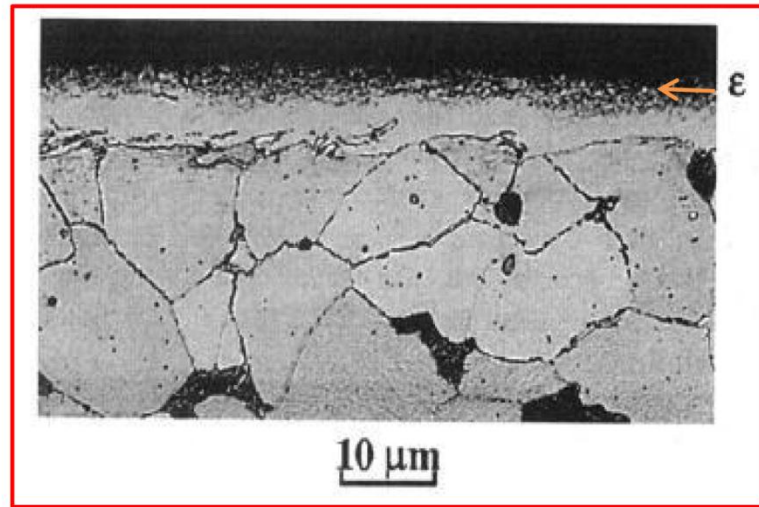


Figure II.4. Micrographie du fer pur nitruré en bain de sel à 580°C/2h [43]

- Un mélange des phases dans des proportions qui varient selon les conditions opératoires (Figure II.5).

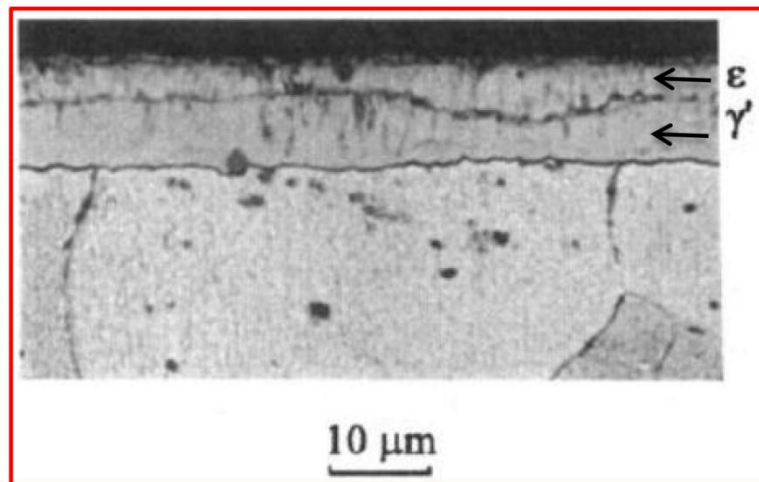


Figure II.5. Micrographie du fer pur nitruré sous plasma à 500°C/3h [43]

I.2.2. Couche de diffusion

Dans le fer pur (ou l'acier non allié), l'azote qui diffuse en solution solide d'insertion conduit à un très faible durcissement selon l'enrichissement en azote. La solution solide est conservée si le métal est refroidi rapidement à partir de la température de nitruration.

Si le refroidissement est lent ou si le métal est soumis à un revenu après trempe, des nitrures précipitent, conduisant à une seconde possibilité de durcissement par précipitation (Figure II.6). En l'absence d'éléments d'alliage, ce durcissement n'excède pas 500 HV sur une profondeur très faible [43].

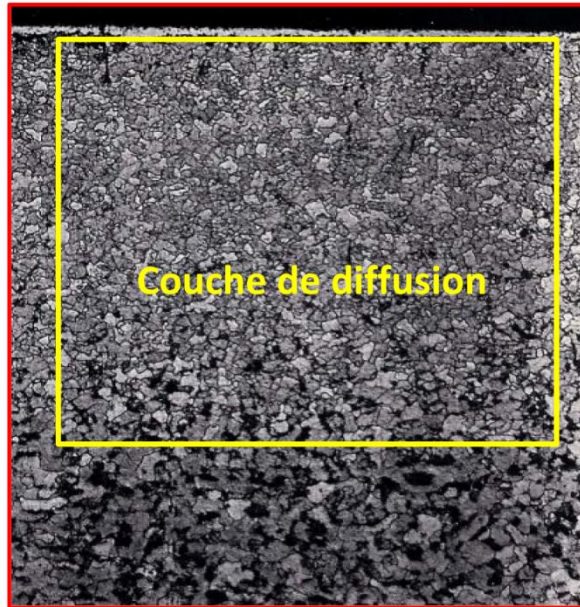


Figure II.6. Micrographie du couche de diffusion du fer pur nitruré sous plasma à 500°C/8h [43]

Si le métal contient des éléments d'alliage et en particulier l'Al, Cr, Mo, V et titane qui présentent une affinité de combinaison avec l'azote, il se forme des précipités de nitrures finement dispersés dans la zone de diffusion [43].

Ces précipitations conduisent à un durcissement important avec apparition de contraintes de compression élevées. Les niveaux de dureté obtenus sont généralement compris (suivant les compositions chimiques et dans une moindre mesure, selon les procédés mis en œuvre) entre 400 et 1 300 HV [43].

La loi d'obtention de la profondeur de nitruration (e) en fonction du temps de traitement (t) est de la forme :

$$e = k\sqrt{Dt} \quad (\text{II.1})$$

La profondeur de diffusion est définie conventionnellement comme la distance entre la surface, et la couche ayant une dureté correspondant à celle du cœur (mesurée en HV) augmentée de 100 HV [43].

II.3. Mécanismes de formation des couches nitrurées

La détermination de la nature des phases cristallines formées durant la nitruration des aciers nécessite la connaissance des diagrammes d'équilibres ; dans la pratique l'équilibre thermodynamique n'est certainement pas atteint néanmoins les diagrammes donnent une indication intéressante sur la nature des phases susceptibles d'être formées.

II.3.1. Diagramme binaire fer-azote

Dans le cas de la nitruration du fer pur, les phases qui apparaissent sont celles du diagramme fer-azote (Figure II.7). Les caractéristiques cristallographiques des différentes phases du système fer-azote sont regroupées dans le tableau II.1. Dans l'intervalle de températures préconisées pour le traitement de nitruration, l'étude de ce diagramme indique une limite de solubilité de l'azote dans le fer très faible ($< 0,1$ % m.), la présence de nitrures de fer γ' -Fe₄N et ϵ -Fe₂₋₃N pour de fortes concentrations en azote :

- nitrure de fer γ' -Fe₄N: structure de type perovskite et de groupe d'espace Pm3m. Il précipite dès les basses températures et possède un domaine d'existence qui s'étend de 19,3 à 20,6 % at. Son paramètre de maille évolue entre 0,3788 et 0,3803 nm [44,45].
- nitrure de fer ϵ -Fe₂₋₃N: structure hexagonale de groupe P6₃/mmc. L'important domaine de composition de cette phase (de 8,25 à 11 % m. à 450°C) entraîne une forte variation des paramètres de maille. Le paramètre a varie de 0,2667 à 0,2764 nm, le paramètre c de 0,4349 à 0,442 nm [44,45].

La nature et la composition des phases présentes, ainsi que l'épaisseur de la couche de combinaison dépendent du potentiel nitrurant à la surface de la pièce pendant le traitement. Pour cela, il est judicieux de faire référence au diagramme de Lehrer, dont un exemple est donné sur la figure II.8. Ce diagramme relie les domaines d'existence des phases au pourcentage d'ammoniac NH₃ de l'atmosphère, au potentiel nitrurant noté N_p et à la température [46].

En fonction des propriétés mécaniques souhaitées en proche surface, il est donc possible d'obtenir une surface monophasée, biphasée ou vierge de couche de combinaison, mais aussi d'éviter la formation de pores, néfastes dans le cas des problématiques de mécanique du contact [47,48].

Enfin, la couche de combinaison est reconnue pour augmenter les propriétés tribologiques et de résistance à la corrosion de la surface des aciers [49,50]. Le nitrure de fer γ' -Fe₄N améliore la résistance à la fissuration ; et quant au nitrure ϵ -Fe_{2,3}N, il est responsable des bonnes propriétés tribologiques et de résistance à l'usure. Cependant, comme mentionné auparavant, la couche de combinaison est éliminée afin de réduire les risques d'écaillage et de fissuration de la surface dans le cas des pièces fortement sollicitées en roulement [51].

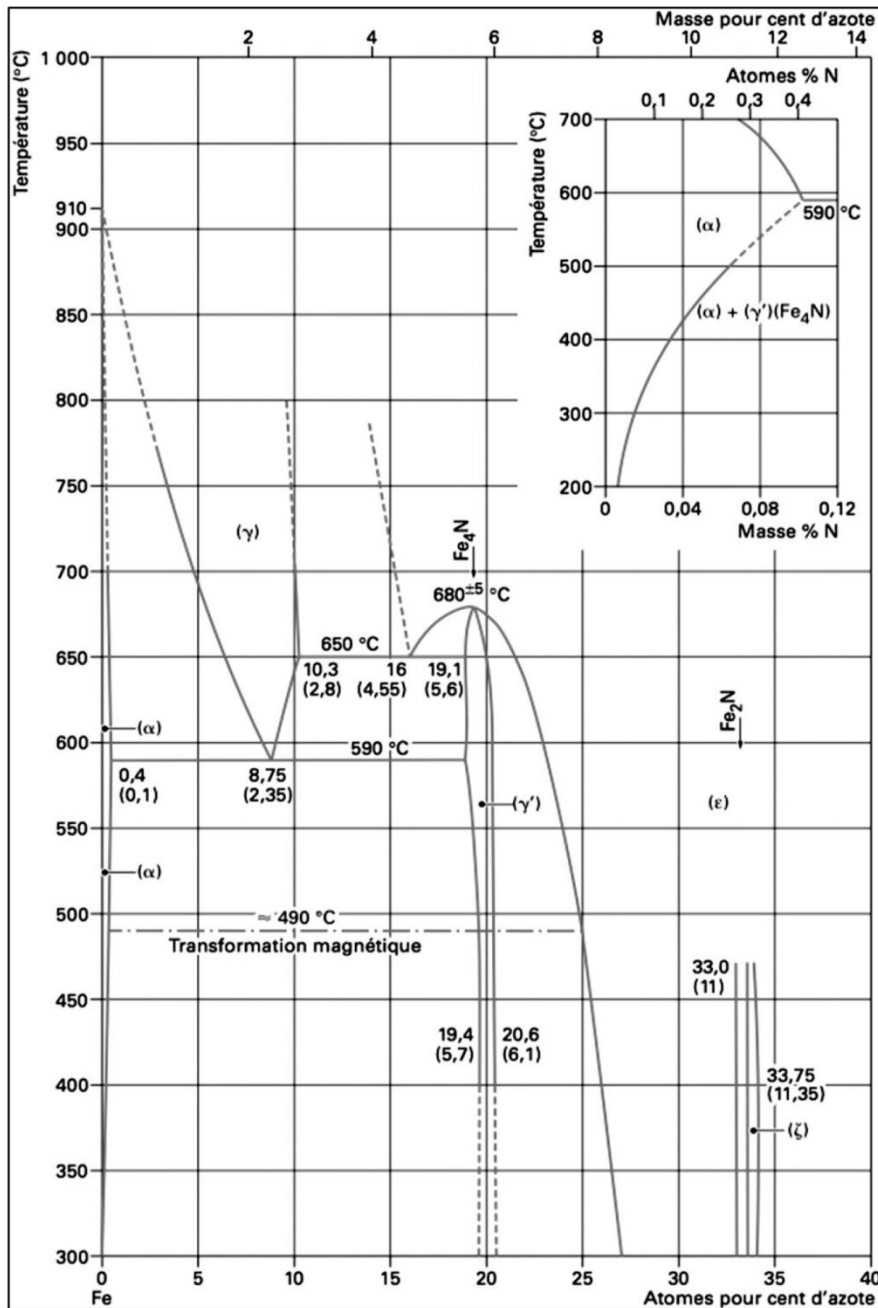
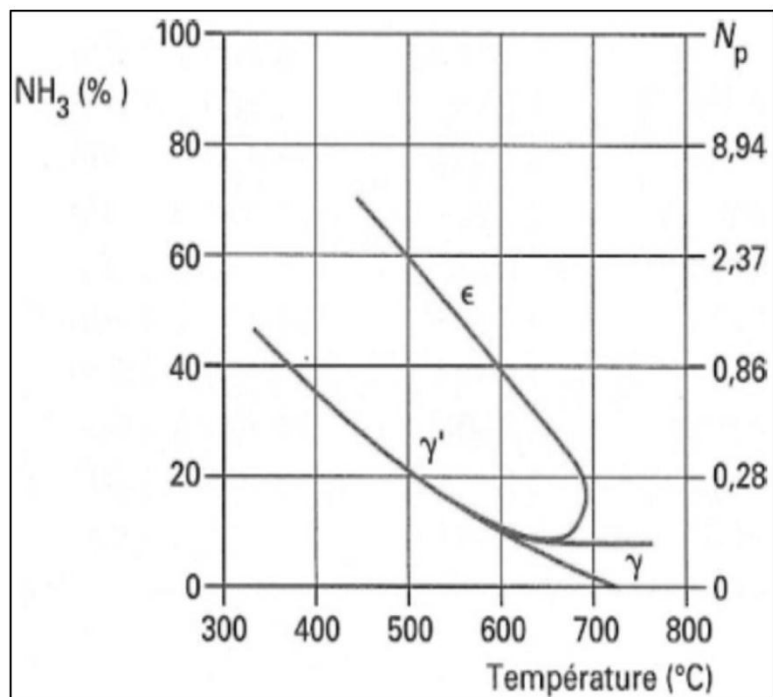


Figure II.7. Diagramme d'équilibre fer-azote [52]

Tableau II.1. Caractéristiques cristallographiques des phases du système fer-azote [53]

| Phases | Structure cristalline | Paramètres cristallins (nm) | Teneur (% N massique) |
|---------------------------------|-----------------------|-----------------------------|---------------------------|
| α | C.C | 0,2866 | 0,1 % à 590 °C |
| | | 0,2864 | 0,003 % à 200 °C |
| γ | C.F.C | 0,361 0,365 | |
| γ' -Fe ₄ N | C.F.C | 0,3795 | Max 5,75 % Min 5,3 % |
| ϵ -Fe ₂₋₃ N | H.C | a = 0,27 c = 0,4371 | Max 10,75 % Min 7,25 % |

**Figure II.8.** Diagramme de Lehrer du système fer-azote [46]

II.3.2. Diagramme ternaire fer-azote-carbone

Dans le cas de la nitruration des aciers non alliés, l'utilisation du diagramme binaire ne suffit plus pour connaître la nature des phases formées à l'équilibre. L'utilisation du diagramme ternaire fer-azote-carbone est nécessaire. La figure II.9 représente la coupe à 565°C du diagramme ternaire fer-azote-carbone [54]. Plusieurs constatations peuvent être faites [55] :

- l'azote est très peu soluble dans les carbures de fer. Sa solubilité est quasiment nulle dans la cémentite Fe_3C et atteint 0,5% en masse dans le carbure de Hagg Fe_7C_3 ,
- le carbone est de même très peu soluble dans le nitrure γ' , sa solubilité maximale restant inférieure à 0,2% en masse,
- le nitrure (ε) a un très large domaine d'existence. A la température de 565°C, la limite de solubilité du carbone est de 3,7 m.%, celui-ci venant occuper, dans la structure, les sites octaédriques laissés vacants par l'azote. Nous avons alors une phase appelée carbonitrure ε de formule $\text{Fe}_{2-3}(\text{C},\text{N})$.

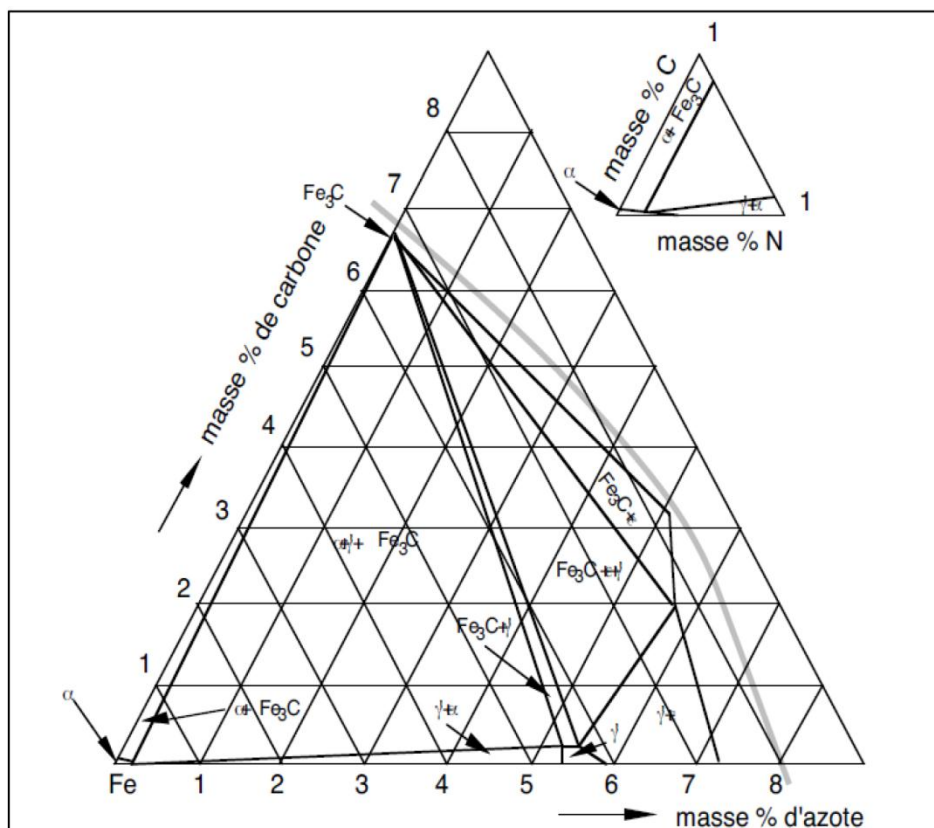


Figure II.9. Diagramme ternaire Fer- Azote- Carbone à 570°C [54]

II.4. Structure des couches nitrurés

II.4.1. Couches de combinaison

Les phases majoritaires sont les structures de fer $\text{Fe}_4\text{N} - \gamma'$ et $\text{Fe}_{2-3}\text{N} - \varepsilon$

II.4.1.1. Le nitrure Fe_4N

Ce nitrure possède une symétrie cubique (Figure II.10) isomorphe de la pérovskite CaTiO_3 de groupe d'espace $\text{Pm}\bar{3}\text{m}$ et il n'est stable qu'en dessous de 680°C . La maille de fer possède quatre atomes de fer en coordonnées $(0,0,0)$; $(1/2,1/2,0)$; $(1/2,0,1/2)$; $(0,1/2,1/2)$ et un atome d'azote en position $(1/2,1/2,1/2)$. Les atomes de fer forment un réseau Cubique à Faces Centrées (CFC) et l'atome d'azote occupe de façon ordonnée un quart des sites octaédriques du cristal en formant une structure cubique simple. Cette disposition entraîne l'apparition de raies supplémentaires de type (100) et (110) sur les spectres de diffraction X. Ce nitrure est le premier à se former dans la série des nitrures de fer car il précipite dès les basses températures et ne nécessite qu'une teneur locale en azote de l'ordre de 20 % atomique. Son affinité pour le carbone est par ailleurs très faible puisque seulement 0,2 % massique de carbone peut être dissous dans sa structure. De plus, cette phase améliore la résistance à la fissuration.

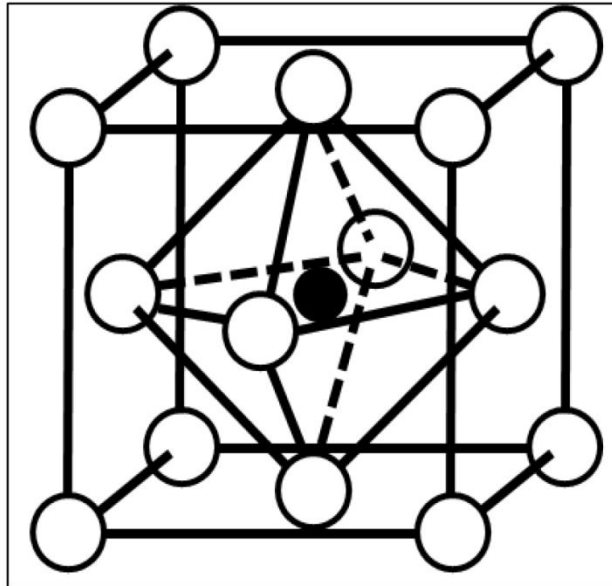


Figure II.10. Structure du nitrure γ' Fe_4N [56]

II.4.1.2. Le nitrure Fe_{2-3}N

Ce nitrure possède une maille élémentaire de symétrie hexagonale (Figure II.11). Il appartient au groupe d'espace $\text{P6}_3/\text{mmc}$. Les atomes de fer forment un réseau Hexagonal Compact (HC) déformé par la présence d'éléments interstitiels qui se placent dans les sites octaédriques. Ces

sites forment un réseau hexagonal de paramètres a et $c/2$. Cette phase possède un domaine de composition important qui s'étend de 8,25 à 11 % massique en azote. Le remplissage progressif de sites octaédriques génère une structure HC d'atomes d'azote dont le paramètre de maille varie également suivant la fraction d'azote présente dans le réseau.

Cette phase, est la plus souvent appelée carbonitride ϵ tant son affinité pour le carbone est grande; la teneur en carbone dans cette phase peut atteindre jusqu'à 3 % massique. C'est d'ailleurs un moyen d'obtenir des couches de combinaison monophasées ϵ par nitruration ionique. Par ailleurs, de nombreux auteurs s'accordent sur la grande dureté et les bonnes propriétés tribologiques de cette phase et sa ductilité accrue par rapport à la phase γ' . Elle permet entre autre d'améliorer la résistance à l'usure en évitant certains problèmes d'adhésion.

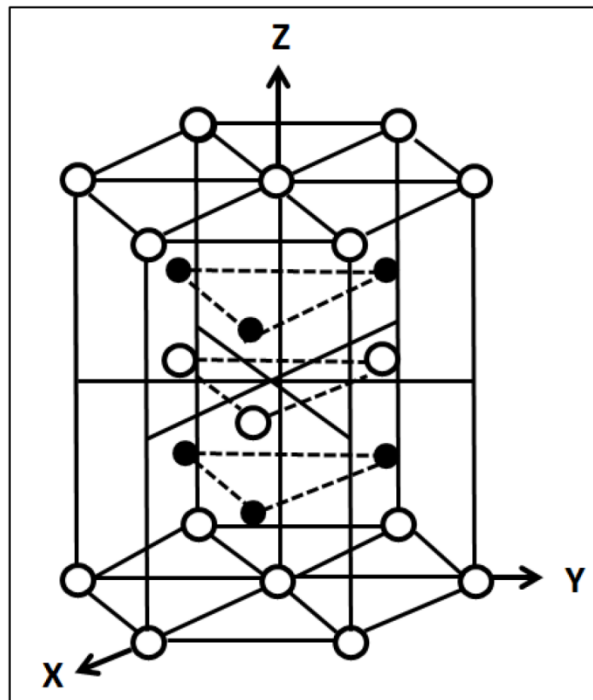


Figure II.11. Structure du nitride $\epsilon\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ [56]

II.4.2. Couche de diffusion

Sous la couche de combinaison, les atomes d'azote provenant du composé diffusent vers le cœur du matériau ainsi que le prévoient les lois de Fick. La diffusion dans la ferrite peut être décrite par une loi donnant la densité de flux (J_D). Dans le cas où la diffusion est uniaxiale, nous avons:

$$J_D = -D \frac{\partial c}{\partial z} \quad (\text{II.2})$$

Où D est le coefficient de diffusion macroscopique exprimé en cm^2/s . Cette relation n'est valable que pour des faibles concentrations d'azote. Ce coefficient de diffusion macroscopique D varie, en première approximation, avec la température suivant une loi de type Arrhenius :

$$D = D_0 \exp \frac{-\Delta H_d}{RT} \quad (\text{II.3})$$

Où ΔH_d est l'enthalpie de diffusion en joule, R : est la constante des gaz parfaits, T : est la température en kelvin (K) et D_0 est constant en première approximation. Les lois de conservation de la matière permettent d'écrire la seconde loi de Fick dans le cas uniaxial :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left(D \frac{\partial c}{\partial z} \right) \quad (\text{II.4})$$

La résolution de cette équation, si on suppose que (D) est indépendant de c , pour les conditions initiales et aux limites suivantes : $t = 0$, $c(z,0) = 0$, $c(\infty,t) = 0$ et $c(0, t) = c_0 \forall t$, donne l'expression suivante dans le cas d'un milieu semi-infini avec une concentration de surface constante :

$$c(x, t) = c_0 \operatorname{erfc} \left(\frac{z}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (\text{II.5})$$

La fonction (erfc) est la fonction erreur complémentaire, c_0 la limite de solubilité de l'azote dans le fer α , D ne dépend pas de la concentration en azote. L'équation (II.5) est bien évidemment insuffisante pour décrire convenablement la courbe réelle de concentration d'azote. En effet, deux phénomènes sont à l'origine des insuffisances de ce modèle simple : la concentration de surface n'est pas forcément à l'équilibre, ou bien le flux de transport de l'azote à la surface est limitatif. Localement, un phénomène de piégeage de l'azote sur les précipités limite le transport en volume. D'après l'équation (II.5), on constate que la profondeur efficace de nitruration suit une loi en \sqrt{t} pour une température donnée, c'est ce qui est souvent observée.

II.4.3. Diffusion dans les aciers et formation de précipités

Lors de la nitruration, les atomes d'azotes interstitiels ont une vitesse de diffusion plus importante que celle des atomes des éléments d'addition qui sont en substitution dans le réseau cristallin. Les lois de diffusion classiques ne suffisent pas pour décrire l'évolution de la répartition de l'azote dans la couche nitrurée. Nous avons vu par ailleurs que la diffusion est associée à un enrichissement local de la matrice en azote, par conséquent, il y a formation et croissance de précipités soit avec le fer soit avec les éléments d'alliages. Localement, nous sommes en présence de "puits de matière". Schématiquement une partie de l'azote sert à la

précipitation du nitrure alors que l'autre partie diffuse vers le cœur de la pièce. Un autre phénomène se produit en même temps : la création de déformations locales. Lorsque ces déformations sont plastiques, la densité de dislocations augmente en créant autant de courts-circuits de diffusion, il faut alors modifier le coefficient de diffusion. Les joints de grains constituent naturellement des singularités dans la diffusion de l'azote, en effet, des nitrures peuvent précipiter dans ces joints.

II.4.3.1. Précipitation

Les nitrures se forment à partir de l'azote en solution solide en insertion et aussi à partir des éléments d'alliage en solution solide de substitution lorsque la limite de solubilité de l'azote dans la ferrite est atteinte. Il est possible de déterminer thermodynamiquement, en fonction de leur teneur en azote et des différentes enthalpies libres de formation ΔG_0 des nitrures, la nature des précipités formés. L'enthalpie de formation est reliée à l'enthalpie libre par la relation :

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (\text{II.6})$$

Où ΔS est l'entropie de formation.

Le tableau II.2 donne les enthalpies de formation, la structure cristallographique et les précipités cristallins des différents précipités rencontrés. Ces enthalpies sont généralement plus faibles que celles de la formation des carbures. A travers ces valeurs nous pouvons dire que lors du traitement de nitruration, ces carbures qui contiennent des éléments nitrogènes comme le chrome ou le vanadium, vont avoir tendance à se dissoudre pour former des nitrures plus stables thermodynamiquement. Les nitrures formés peuvent être de différents types : ils peuvent avoir un caractère incohérent s'ils se forment à partir des carbures présents dans la ferrite ou aux joints de grains et aussi à partir des éléments d'alliages en substitution. Ils peuvent également être sous forme cohérents ou semi-cohérents s'ils se forment à partir d'éléments d'addition présents en solution solide dans la ferrite.

Tableau II.2. Caractéristiques cristallographiques des phases [57]

| Nitrure | % massique d'azote | Structure cristalline | Enthalpie de formation (kJ/mol) | Paramètre cristallin (nm) |
|-------------------|--------------------|-----------------------|---------------------------------|---------------------------|
| Fe ₂ N | 11,2 | W ₂ C | -3,76 | - |
| Fe ₄ N | 5,9 | Fe ₄ C | -10,9 | 0,379 |
| Cr ₂ N | 11,8 | NV ₂ | -114 | a = 0,4796 |

| | | | | |
|------------------------------------|------|--------------------------------|-------|------------|
| CrN | 21,2 | NaCl | -118 | c = 0,4470 |
| MoN | 6,8 | CFC | -69,4 | 0,4149 |
| Mo₂N | 12,7 | H | - | 0,4160 |
| Mn₄N | - | Fe ₄ C | -127 | - |
| Mn₃N₂ | - | - | -191 | 0,3865 |
| | | | | a = 0,4194 |
| VN | 21,6 | NaCl | -251 | c = 0,4031 |
| AlN | 34,1 | ZnS | -320 | 0,4169 |
| | | | | a = 0,3104 |
| TiN | 22,6 | NaCl | -336 | c = 0,4965 |
| Ti₂N | 11,4 | TiN | - | 0,4237 |
| | | | | a = 0,414 |
| Si₃N₄ | 39,9 | Si ₃ N ₄ | -748 | c = 0,8805 |
| | | | | a = 0,7748 |
| | | | | c = 0,5617 |

II.4.3.1.1. Carbures

Les aciers industriels subissent différents traitements thermiques avant nitruration, qui s'accompagnent le plus souvent d'une précipitation de carbures, afin d'assurer au cœur de ces aciers de bonnes propriétés mécaniques. La fraction volumique et la composition chimique des carbures varient en fonction de la composition initiale de l'acier et des températures de traitements thermiques.

Le vanadium précipite sous forme de carbures VC/V₄C₃ ou V₂C, carbures très stables [44]. Le molybdène peut être substitué au vanadium, étant donné que MoC et VC présentent des structures cristallographiques et un paramètre de maille quasiment identiques.

Les carbures de chrome montrent des variantes plus ou moins complexes : Cr₂₃C₆, Cr₇C₃ et Cr₃C₂. Ces précipités sont sous des formes moins stables que les carbures de vanadium [44].

Dans les carbures Cr₂₃C₆ et Cr₇C₃, le chrome peut être substitué par du manganèse, du molybdène et du fer à hauteur de 40.% at [58].

Les carbures de manganèse précipitent sous forme de Mn₇C₃, Mn₂₃C₆ ou Mn₃C. Ces structures se rapprochent, d'un point de vue structural, des carbures de chrome : Mn₇C₃ (stable à haute température 850-1000°C) ↔ Cr₇C₃, Mn₂₃C₆ ↔ Cr₂₃C₆ et Mn₃C ↔ Fe₃C. Il est donc très difficile de les distinguer lorsque les aciers sont alliés au chrome et au manganèse [44].

Le manganèse et le chrome stabilisent le carbure de fer Fe_3C , en se substituant au fer. Leur excès favorise la formation des carbures $M_{23}C_6$ et M_7C_3 , ($M = Cr, Mn$). La probabilité de trouver le vanadium substitué au fer dans la cémentite reste très faible [44].

Il est important de souligner ici que l'aluminium ne participe pas à la formation de carbures [59], alors que son affinité pour l'azote est extrêmement élevée.

En conclusion, les carbures pouvant être observés au cœur des aciers industriels de nitruration sont les suivants : $(V, Fe, Mo)C$; $(Fe, Cr, Mn, Mo)_{23}C_6$; $(Fe, Cr, Mn)_3C$ et $(Fe, Cr, Mn)_7C_3$.

II.4.3.1.2. Nitrures

Les structures cristallographiques, les paramètres de maille ainsi que les affinités de formation permettent de prendre en compte la facilité avec laquelle les nitrures peuvent précipiter dans la matrice ferritique. L'étude des nitrures est une partie très importante de ce travail, puisque les nitrures de chrome (taille, relation avec la matrice et répartition) sont connus pour être directement responsables du durcissement et de la mise en précontrainte du matériau observé après nitruration dans les alliages binaires Fe-Cr [58].

Les premiers nitrures qui germent proviennent des éléments d'addition en solution ayant une plus grande affinité pour l'azote que pour le fer (TiN de structure CFC, AlN de structure hexagonal, VN de structure CFC, CrN de structure CFC et Mo_2N de structure CFC, dans l'ordre décroissant de leur énergie libre). La plupart de ces nitrures présentent la même structure cristallographique (CFC) et des paramètres de maille très proches (0,415nm CrN ; 0,416nm MoN ; 0,414nm VN ; 0,412nm AlN). On peut considérer qu'ils sont isomorphes du nitrure de chrome CrN de structure CFC.

Phillips et Seybolt [60] ont étudié par Microscopie Électronique à Transmission (MET) la microstructure d'aciers ternaires nitrurés, contenant 1% de Mo, Mn ou Si. Ils n'ont trouvé aucun nitrure de molybdène ni de manganèse pour ces aciers alliés à 1%. En revanche, ils ont pu observer des particules de $Si_3N_{4\alpha}$ (rhomboédrique ou hexagonal), ne pouvant en aucun cas, d'après eux, participer au durcissement. On peut donc envisager de ne pas prendre en compte la présence de silicium dans les aciers, uniquement du point de vue du durcissement, le silicium affectant fortement la cinétique et la profondeur de nitruration.

Il paraît ainsi fort probable de ne pas retrouver de nitrures de manganèse ou de molybdène dans les aciers industriels. Pourtant, on peut envisager que ces deux éléments ainsi que le vanadium (et d'autres comme le fer ou l'aluminium par exemple) puissent participer à la

formation de nitrures mixtes MN de structure CFC ($M=Cr,V,Mo,Mn,etc.$), isomorphes du CrN de structure CFC.

a)-Nitrure de chrome

Beaucoup de travaux ont établi que le chrome fait partie des éléments d'addition qui exercent le plus d'influence sur le durcissement, notamment grâce à la précipitation de nitrures nanométriques CrN, en semi-cohérence avec la matrice. Par conséquent, il paraît primordial d'étudier cette précipitation pour comprendre son action.

Les nitrures de chrome de structure cristallographique CFC présents dans les alliages binaires, proviennent de la combinaison entre l'azote et le chrome en solution solide lorsque la limite de solubilité de l'azote dans la matrice ferritique est atteinte.

Le mode de germination commence par l'initiation de zones de Guinier-Preston (GP), précipités intermédiaires métastables, qui constituent le premier mécanisme participant au durcissement. La croissance de ces zones GP conduit à la formation de nitrures de chrome CrN.

Ces nitrures précipitent dans la ferrite en respectant les relations de Baker-Nutting [60,61] (Figure II.12), en semi-cohérence avec la matrice : $(001)_\alpha // (001)_{CrN}$, $[100]_\alpha // [110]_{CrN}$, $[010]_\alpha // [-110]_{CrN}$. Cette disposition résulte du fait que le paramètre de maille du nitrure CrN (0,4149nm) - direction $[100]_{CrN}$ - est voisin de celui du fer multiplié par $\sqrt{2}$ (0,404nm) - direction $[110]_\alpha$ -. De fait, dans un plan commun coïncidant à une des faces du cube par exemple, les deux mailles sont tournées de 45° ; le désaccord de paramètre de maille entre les deux phases qui en résulte s'élève à 2,4%, alors que suivant la direction orthogonale $[001]_\alpha$ de la matrice, le désaccord est de 45% (Figure II.13). La précipitation semi-cohérente (Figure II.14b) freine la propagation des dislocations et de ce fait se retrouve à la base du processus de durcissement, puisqu'elle génère des contraintes freinant la propagation des dislocations.

Afin de minimiser l'énergie de surface, les précipités prennent la forme de disque plat d'un diamètre de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres et une épaisseur de quelques nanomètres [60], ce qui rend difficile leur identification par MET. Le plan du disque est le plan selon lequel l'énergie de surface est minimale, c'est-à-dire le plan commun $\{001\}$. Dans la direction orthogonale, l'énergie interfaciale est élevée (incohérence des réseaux), ce qui explique la très faible épaisseur des précipités (relation de Wulff).

Dans les aciers, on retrouve en plus de la précipitation semi-cohérente, une autre précipitation de CrN, globulaire et incohérente, qui ne devrait engendrer qu'un faible effet durcissant (Figure II.14c). Cette précipitation semble provenir de la transformation in-situ des carbures de revenu présents avant nitruration. Cette précipitation sera traitée dans le paragraphe « Interaction azote - carbone ».

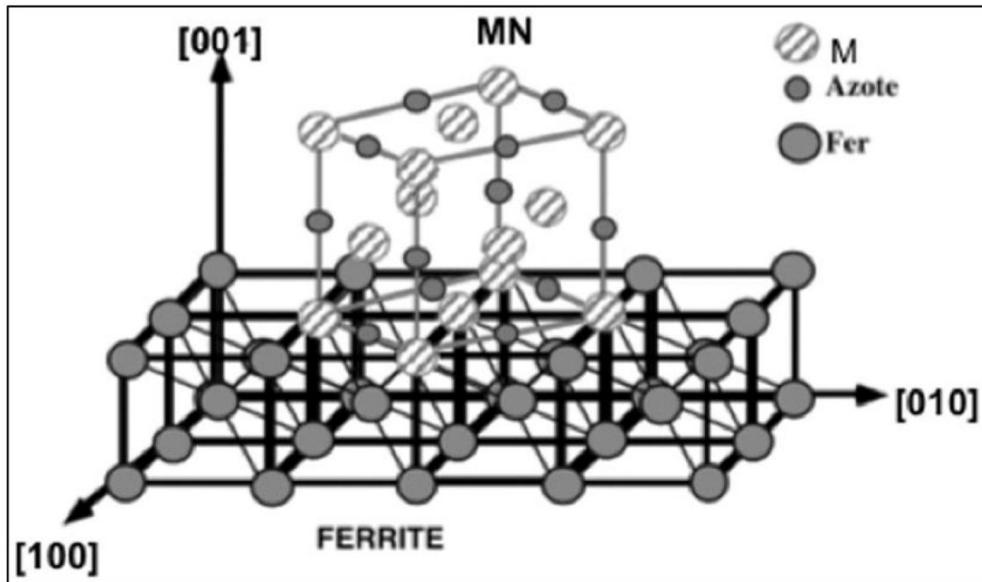


Figure II.12. Schématisation de la précipitation du CrN dans la matrice ferritique, en relation de semi-cohérence avec la matrice ferritique, selon les relations de Baker-Nutting [62]

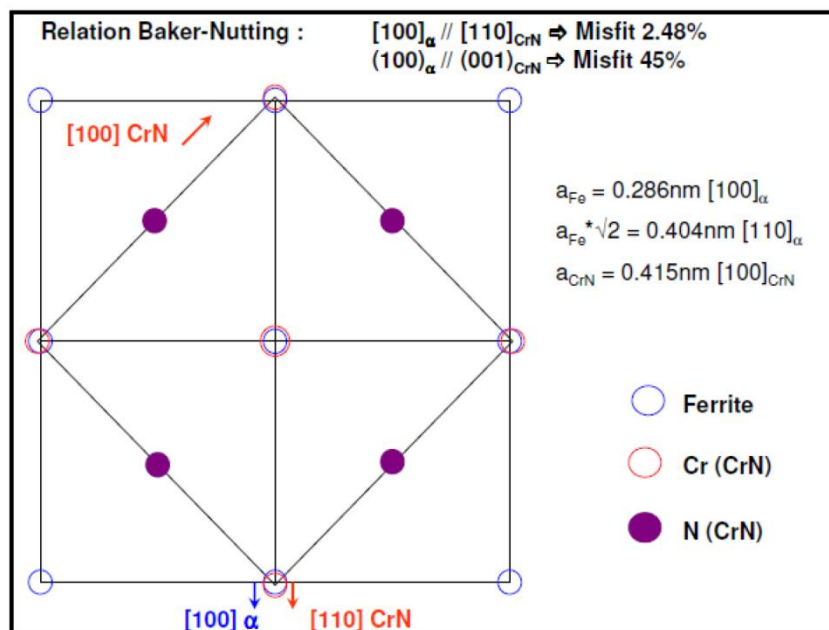


Figure II.13. Schéma 2D représentant le nitrure CrN en semi-cohérence avec la matrice ferritique (écart à la cohérence de 2,5% , 45% suivant la direction orthogonale)

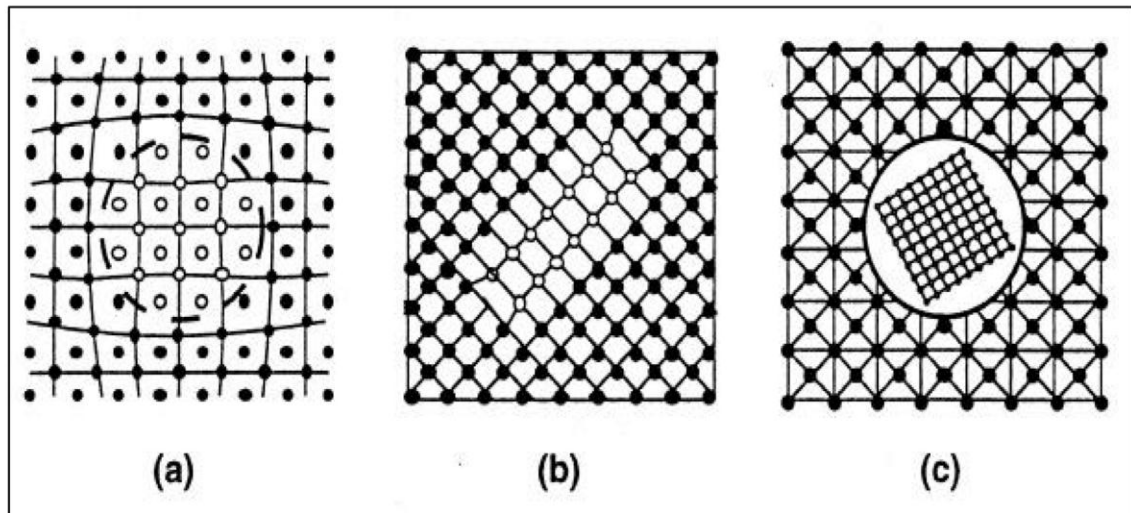


Figure II.14. Représentation schématique de précipités dans l'état solide,
a : cohérence avec la matrice ; b : semi cohérence; c : incohérence [63]

Une étude importante a été menée par Sennour [64] sur des alliages binaires Fer- Chrome (traitement de nitruration 555°C, 1 à 60h) et elle est prise comme référence pour notre travail de thèse. L'auteur a observé au Microscope Électronique à Transmission à Haute Résolution (METHR) des précipités de CrN, sous forme de disques, présentant des diamètres variant entre 10 et 50 nm avec une épaisseur inférieure à 1,5nm, en semi-cohérence avec la matrice. Des précipités globulaires de taille plus importante (plusieurs dizaines de nm), présents aux joints de grains dont la précipitation discontinue (uniquement dans la nuance contenant 3%Cr), ont été identifiés comme des nitrures de chrome CrN incohérents.

Après étude à différentes profondeurs de nitruration, il est apparu que :

- la densité des précipités décroît à mesure que l'on s'approche du cœur non nitruré,
- les précipités conservent leur structure CFC et leur semi-cohérence,
- le diamètre des précipités augmente en profondeur.

L'auteur suggère que le faible apport en azote dans les couches profondes favorise plutôt la croissance des précipités déjà existants au détriment de la germination de nitrures.

La forte interaction entre le chrome et l'azote dans la nuance à 3%Cr favorise le processus de germination des précipités (augmentation du nombre de nitrures CrN par rapport à la nuance contenant 1%Cr), ce qui explique le durcissement observé, aux dépens de la diffusion de l'azote en phase ferritique (profondeur de nitruration moins importante).

b)-Nitrure d'aluminium

Outre le chrome, l'aluminium exerce une grande influence sur les profils de fraction massique en azote et de dureté, remarquée notamment pour une fraction massique initiale en aluminium supérieur à 0,5%Al [65]. Malheureusement, il existe très peu d'études sur les aciers nitrurés contenant de l'aluminium et aucune explication satisfaisante concernant son action n'a jusqu'alors été proposée.

L'aluminium est employé dans les aciers pour affiner la taille de grain [66], contrôler la recristallisation des aciers à basse teneur en carbone [67], abaisser la ductilité à chaud, augmenter la dureté [68] et améliorer la ténacité à haute température, au travers du processus de précipitation de nitrures AlN. L'aluminium est un puissant stabilisateur de la ferrite [69].

De ce fait de nombreuses études concernant les nitrures d'aluminium AlN ont porté sur des alliages ferreux ou aciers, de matrice ferritique ou austénitique contenant initialement de l'azote et de l'aluminium, ayant subi des traitements thermiques ou mécaniques (par exemple laminage à BT ou HT) [64,70,71]. Ces travaux sont intéressants, en ce qui concerne l'étude des différentes structures cristallographiques, morphologies, et sites de précipitation du nitrure d'aluminium, bien que le contexte soit différent de celui de cette étude (microstructure initiale, température de traitement, fractions massiques initiales en azote et en aluminium).

Très peu d'études ont été menées sur des alliages ferreux ou des aciers à matrice ferritique, contenant de l'aluminium, nitrurés à des températures comprises entre 500 et 600°C, proches de celles utilisées dans l'étude menée par [60].

Le nitrure d'aluminium germe suivant deux structures cristallographiques hexagonale et cubique à faces centrées (très rare). Cette dernière précipitation n'existe que sous certaines conditions de température, durée de traitement, présence de certains éléments et de leurs fractions massiques initiales. Les nitrures d'aluminium CFC et hexagonaux précipitent facilement en présence de sulfures de manganèse MnS [68,72] ou d'autres nitrures : CrN, BN ou TiN [64].

Ces nitrures de structure CFC (ex. CrN) servent alors de sites de nucléation pour le nitrure d'aluminium CFC isomorphe (même paramètre de maille et même groupe spatial), parfois mixte (Cr,Al)N CFC [64]. Babenko et al. [73] ont suggéré que les nitrures AlN CFC puissent contenir également du fer, ce qui expliquerait les variations de paramètres de maille observées. En ce qui concerne le nitrure hexagonal, le mode de germination hétérogène

diminue le temps d'incubation et augmente la vitesse de germination-croissance, ce qui explique les tailles importantes constatées.

Le nitrure d'aluminium précipite préférentiellement avec une structure hexagonale, plus stable thermodynamiquement (seule phase existante par ailleurs dans la base de données de Thermo-Calc) [60]. Cette précipitation, en général à des températures supérieures à 550°C, requiert des défauts (comme des dislocations) ou des joints de grains.

Les nitrures présentant une structure hexagonale peuvent être soit incohérents avec la matrice ferritique, soit en relation de Pitsch-Schrader [72] : $(0001)_{\text{AlN}} // (011)_{\alpha}$; $[11-20]_{\text{AlN}} // [100]_{\alpha}$.

La structure CFC, isomorphe du nitrure de chrome CrN, apparaît en général, en-dessous de 600°C. Cette structure métastable semble précéder la formation de nitrures AlN hexagonaux [64]. Ce changement de structure, possible uniquement dans le sens CFC \rightarrow hexagonal, demande un déplacement atomique [74]. Les mécanismes gouvernant la transformation ne sont pas encore identifiés [64]. Il a été envisagé que le sulfure de fer FeS, observé parfois avec le nitrure d'aluminium, pourrait être à la base du processus de changement de phase (CFC à hexagonal) [64].

Les précipités de structure CFC germent en relation de Baker-Nutting avec la matrice ferritique (semi-cohérence), de manière identique aux nitrures de chrome CrN de structure CFC. Ces précipités peuvent donc germer de manière homogène dans le grain et ce très rapidement, alors que les nitrures hexagonaux ne germent facilement que sur des défauts ponctuels ou aux joints de grains. La structure CFC peut passer à une structure hexagonale également, selon la transformation de Schockly.

En effet, différentes morphologies de précipités ont été relevées, que l'on peut regrouper en deux catégories : plaquettes (disques, forme rectangulaire, prisme, bâtonnet...) et dendrites ou aiguilles. Les nitrures présentant une morphologie en plaquette peuvent provenir de la précipitation avec soit une structure hexagonale [60], soit une structure CFC [64]. Seule la structure hexagonale a été retrouvée dans la morphologie en dendrites ou aiguilles [75], avec des tailles supérieures à 100µm, contrairement aux plaquettes (entre 10 et plusieurs centaines de nanomètres).

Remarque :

Trois types de lieux de germination ont été répertoriés. Les joints de grains et les dislocations constituent des sites préférentiels de nucléation pour les nitrures de structure hexagonale [60,64].

Des nitrures de structure hexagonale ont également germé en rangées, probablement sur des anciennes lattes de bainite [74]. Enfin les nitrures hexagonaux et CFC, possédant des morphologies en plaquettes, ont été observés dispersés uniformément dans le grain [60,64].

V. Guétaz [71] a étudié un acier calmé à l'aluminium, qui a subi différents traitements thermomécaniques (dont le laminage à chaud). Suivant le traitement, il est apparu des nitrures AlN hexagonaux et CFC, ces derniers contenant du chrome et parfois du manganèse. Après analyse par EDS sur ces derniers, le rapport Al/Cr s'élève à 4 (± 1) et ne semble dépendre ni de la température ni de la durée de traitement. Ces nitrures de structure CFC précipitent sous forme de plaquettes (5 à 20nm), en relation de Baker-Nutting avec la matrice, à 600°C (de 1 à 24h de traitement) et à 700°C (entre 3 et 30min de traitement).

Le nitrure hexagonal AlN pur, précipite à 600°C après 24h et à 700°C après 30min, avec une forme elliptique et une taille plus importante (20 à 30nm). Les nitrures hexagonaux incohérents, germent sur des défauts ponctuels pour des temps de traitement plus longs et résultent également de la transformation des nitrures de structure CFC répartis de manière homogène (co-existence des deux structures possibles dans l'acier). Guétaz propose deux mécanismes de transformation : dissolution des plus petits précipités mixtes (Cr,Al)N de structure CFC ou migration atomique locale avec rejet du chrome dans la matrice.

M. Sennour [64] a étudié un alliage Fe-Al-N, ayant subi différents traitements thermiques de sorte à faire précipiter les nitrures d'aluminium. Après recuit à 650°C pendant 3h, l'auteur a observé une précipitation d'AlN intragranulaire constituée de plaquettes, de taille de 10 à 50nm, finement dispersées, et de structure CFC ; aux joints de grains, les précipités d'AlN, de structure soit CFC soit hexagonale, montrent une taille plus importante (plusieurs dizaines de nanomètres de long), avec des formes arbitraires. Après recuit à 700°C pendant 10min, des plaquettes (10 à 20nm), de structure CFC ($a = 0,407\text{nm}$), semi-cohérentes, ont été observées finement dispersées dans le grain, ainsi que des nitrures hexagonaux ($> 50\text{nm}$) incohérents. Mais leur précipitation est surtout localisée aux joints de grains et sur les dislocations.

Par contre, après une durée de 5h à 700°C, les précipités déjà présents au bout de 10 min se sont développés (10 à 200nm), conservant la même morphologie, la même structure CFC et la

semi-cohérence avec la matrice. Une précipitation plus grossière a été rapportée aux joints de grains (40 à 100nm), de structure hexagonale ($a = b = 0,311\text{nm}$, $c = 0,498\text{nm}$), avec les relations suivantes avec la matrice ferritique : $(03-34)_{\text{AlN}} // (110)_{\alpha}$; $[2-1-10]_{\text{AlN}} // [2-2-3]_{\alpha}$.

Il est indéniable que la présence initiale d'aluminium dans l'alliage ou l'acier engendre une augmentation très importante de dureté [76]. Cependant, les nitrures hexagonaux, qui précipitent le long de défauts ne peuvent engendrer de durcissement [76].

Phillips et al. [60] ont observé dans l'alliage Fe-1%Al nitruré à 550°C d'autres précipités, répartis de manière uniforme, de taille nanométrique, qu'ils n'ont pas réussi à identifier, pouvant être responsables, au moins en partie, du durcissement.

Quant à Calvel [76], ayant travaillé sur un acier nitruré contenant de l'aluminium, suggère que la solubilité de l'azote dans la matrice reste identique, mais qu'en présence d'aluminium, l'acier réagit de manière plus intense à l'azote et que la précipitation des nitrures de chrome en est ainsi modifiée.

II.5.Conclusion

Le traitement thermochimique de nitruration est destiné à durcir les zones superficielles des aciers. Réalisé à des températures où l'acier est sous sa forme ferritique, l'apport d'azote a pour conséquence la précipitation de nitrures et l'augmentation de la densité de dislocations. La nature et la répartition des phases et des constituants de la couche nitrurée dépendent d'un grand nombre de paramètres : nature de l'acier, composition du gaz nitrurant, température et durée de traitement.

CHAPITRE III

Comportement mécanique des aciers nitrurés

III.1. Introduction

Le traitement de nitruration conduit à l'établissement d'une couche durcie dans la zone superficielle des pièces les rendant ainsi plus aptes à résister à l'usure [77]. La stabilité thermodynamique des nitrures formés au cours de la nitruration accroît sensiblement la résistance à la corrosion des pièces [78,79]. Conjointement au durcissement superficiel, il s'établit dans la zone superficielle un champ de contraintes résiduelles de compression dont l'effet bénéfique sur la résistance à la fatigue est remarquable [80]. La dureté et les contraintes résiduelles sont étroitement liées aux conditions de traitement, à la composition chimique et à la microstructure initiale des pièces.

Dans la première partie de ce chapitre nous décrivons les aspects généraux des relations microstructure-propriétés des pièces et dans une deuxième partie nous mettons l'accent sur le comportement en traction et en fatigue des aciers nitrurés.

III.2. Dureté

La dureté d'un matériau est une propriété mécanique représentant la résistance à la pénétration d'un indenteur dont la forme dépend du procédé d'indentation choisi. Pendant l'essai de dureté il se forme une empreinte d'indentation entourée d'une zone déformée plastiquement. Plus la dureté est élevée, plus l'empreinte et la zone déformée sont réduites.

La déformation plastique est le résultat de microdéformations intervenantes à l'échelle de la maille cristalline à partir des défauts microstructuraux comme les précipités, les atomes en insertion ou en substitution et les dislocations.

L'obtention de ce profil de microdureté permet de déterminer la profondeur de nitruration. Ce paramètre est défini comme étant la profondeur correspondant à une valeur de dureté de 100 points Vickers supérieure à celle du cœur. De cette façon, différents traitements peuvent être comparés entre eux. La microdureté étant fortement dépendante de la microstructure de la couche nitrurée et surtout de la nature des précipités qui sont formés, les éléments d'addition présents dans l'acier ainsi que les paramètres de traitements vont donc avoir une influence sur les profils obtenus après traitements. Trois types d'interaction se produisent entre les éléments d'addition et l'azote et conduisent à trois formes caractéristiques de profils de microdureté comme le montre la figure III.1. Les conditions de traitement jouent aussi un rôle non négligeable sur l'établissement du profil de microdureté en particulier, la température de traitement. Nous avons vu que les microdéformations interviennent dans les profils de microdureté, la DRX permet d'étudier le réseau cristallin des matériaux.

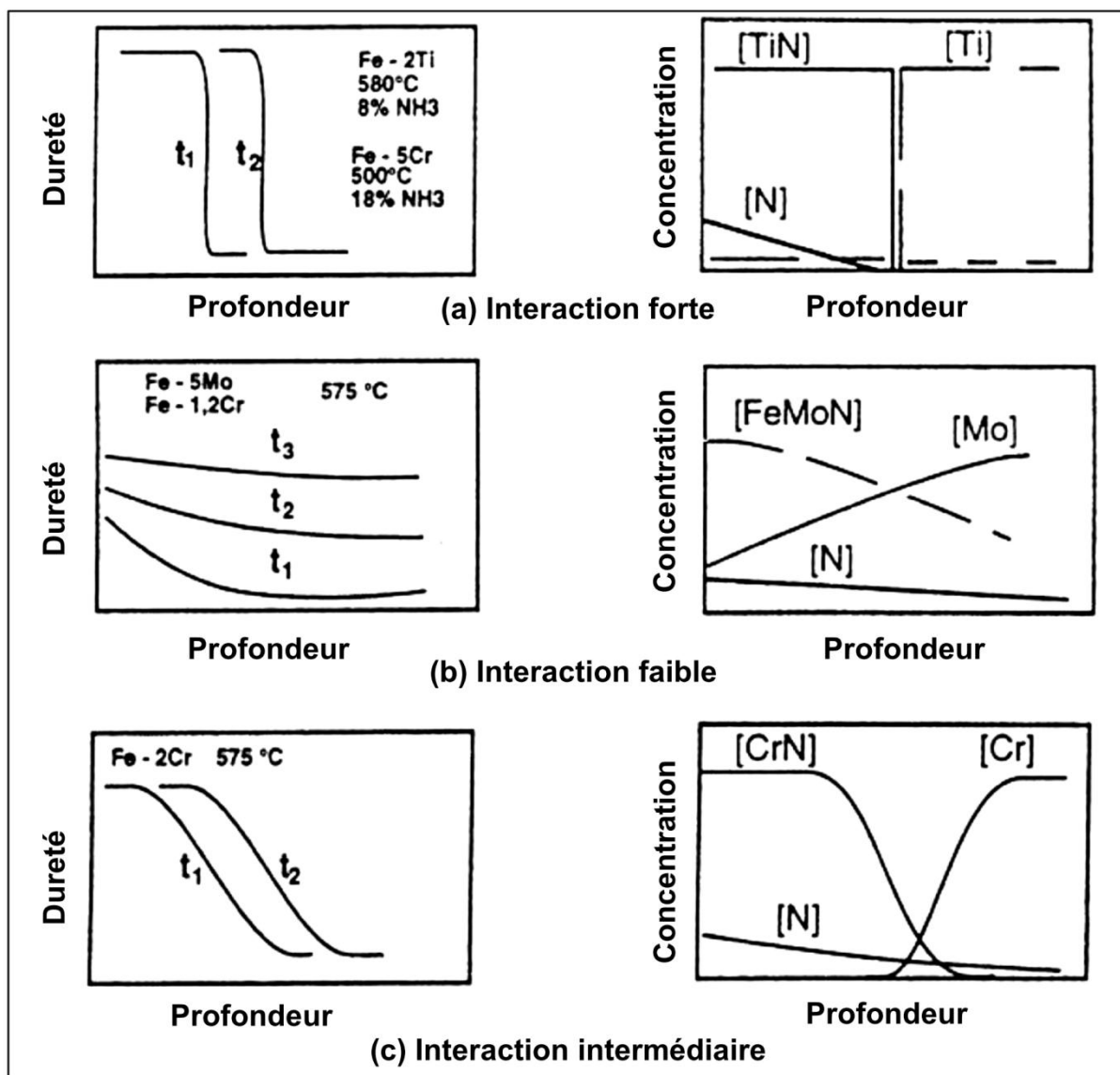


Figure III.1. Influence de la nature des éléments d'addition sur les profils de micro-dureté [59]

III.3. Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont les contraintes multiaxiales statiques, en équilibre mécanique, qui persistent dans une pièce après qu'une sollicitation mécanique ou thermique lui ait été appliquée.

La diffractométrie X permet, en utilisant des distances inter-réticulaires des phases comme jauges de déformation, de mesurer ces contraintes résiduelles. Les composantes du tenseur de contraintes sont déduites de ces déformations par une relation simple appelée loi des $\sin^2\psi$.

III.3.1. Contraintes résiduelles dans le cas d'une couche nitrurée

La mise sous contrainte d'une couche nitrurée peut être schématisée comme le montre la figure III.2 :

- ❖ Stade 1 : état initial du matériau en proche surface;
- ❖ Stade 2 : déformation de la couche superficielle due à l'insertion d'azote (augmentation du volume);
- ❖ Stade 3 : la sous-couche du matériau ne se déforme pas ou peu et impose les déformations à la couche superficielle à cause de sa massivité;
- ❖ Stade 4 : l'incompatibilité des déformations engendre le champ de contraintes dans la couche nitrurée; l'équilibre mécanique de la pièce donne la répartition finale des contraintes.

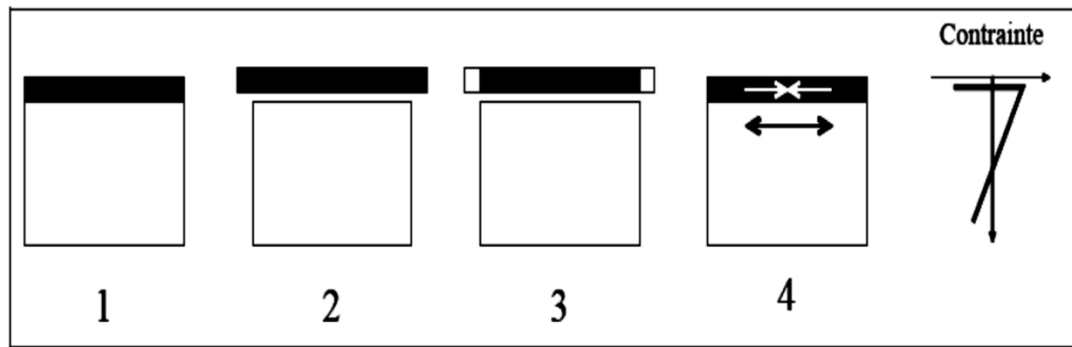


Figure III.2. Schématisation de la génération des contraintes résiduelles d'un échantillon nitruré [81]

L'établissement du profil de contrainte se fait donc sur toute l'épaisseur de la couche de diffusion dans tout le domaine où se déroule la précipitation. Dans le cas particulier du traitement de nitruration, Barallier [30] a montré que l'apparition des contraintes de compression dans la couche de diffusion était due à la précipitation des nitrures d'éléments d'alliage pendant le traitement. Les précipités ainsi formés (principalement des nitrures de chromes) ayant un volume massique plus grand que celui de la matrice ferritique vont provoquer un gonflement de celle-ci qui va alors induire le champ de contraintes observé. Cette étude a également permis de mettre en évidence que les contraintes apparaissaient durant le traitement et qu'elles variaient très peu pendant le refroidissement.

Compte tenu de la symétrie axiale du traitement de nitruration, le champ de contrainte est asymétrique et les contraintes de cisaillement associées aux contraintes normales sont négligeables.

III.4. Comportement en traction

Les traitements de durcissement superficiel ne sont pas utilisés pour améliorer les propriétés de résistance à la traction. Néanmoins, en situation, une pièce peut subir des efforts de traction. Il est ainsi parfois souhaitable de connaître le comportement en traction des échantillons nitrurés avant leur mise en service.

Le matériau de base, destiné à la nitruration possède généralement une limite élastique relativement faible et son comportement à la rupture est de type ductile. Si le matériau est entièrement nitruré, la rupture est de type fragile et sa limite élastique est très élevée. Un matériau nitruré peut être considéré comme un multi-matériau résultant de l'association d'une couche superficielle fragile reposant sur un cœur ductile.

Dans le cas général, l'épaisseur nitrurée est faible comparée aux dimensions des pièces. Dans ces conditions, le traitement influe peu sur la contrainte de rupture et sur la limite élastique, par contre la ductilité peut être fortement réduite comme le montre la figure III.3.

Selon Mittemeijer [80], la différence de déformation entre cœur et couche durcie est responsable d'un système de contraintes transversales. A partir d'une valeur critique, ces contraintes produisent des fissures dans la couche durcie entraînant la ruine du matériau. Pour un acier 24CrMo13, Jack [82] a observé un tel mode de rupture.

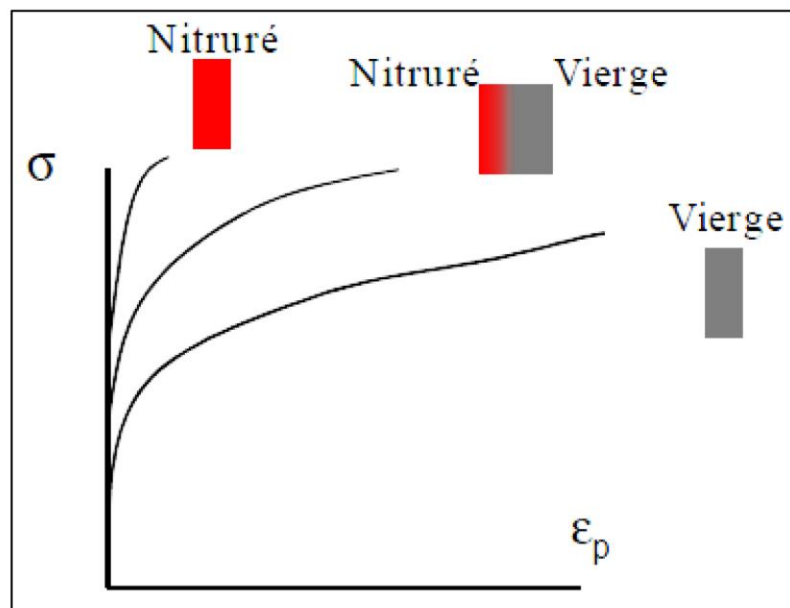


Figure III.3. Courbes contraintes/déformations avant et après la nitruration

III.5. Comportement en fatigue

L'endommagement par fatigue est l'une des principales causes de la rupture des pièces mécaniques sous l'action de contraintes cycliques induites par des sollicitations extérieures, bien que ces contraintes soient inférieures à la limite élastique des matériaux employés. Il existe néanmoins une limite, appelée limite d'endurance en fatigue, en dessous de laquelle les contraintes cycliques ne conduisent pas à la rupture. Lorsque ces contraintes sont supérieures à cette limite, la rupture par fatigue du matériau intervient par amorçage et propagation d'une fissure. L'amorçage de la fissure conduisant à la rupture résulte de différentes causes suivant la nature du matériau. Pour un matériau nitruré, l'étude des mécanismes d'endommagement par fatigue est rendue délicate du fait du comportement global du matériau qui s'apparente à un matériau fragile hétérogène bien que le cœur soit ductile.

Pour les matériaux homogènes, les microfissures en surface prennent généralement naissance dans des irrégularités géométriques produites par des glissements successifs de certains plans cristallographiques.

Pour les matériaux nitrurés, la création de microfissures en surface est plus difficile car le glissement cyclique ne peut s'effectuer librement du fait du durcissement et du champ de contraintes résiduelles de compression dans la zone superficielle. Par conséquent, les contraintes cycliques nécessaires à l'amorçage des microfissures sont plus élevées pour la couche nitrurée que pour le matériau de base où l'azote n'a pas diffusé.

Cependant, la limite d'endurance en fatigue d'un échantillon durci superficiellement n'est pas toujours supérieure à celle d'un même échantillon non traité. L'amélioration de la résistance à la fatigue apportée par le traitement de durcissement dépend en effet du type de sollicitation auquel est soumis l'échantillon.

III.5.1. Sollicitations en flexion rotative

Pour des sollicitations en flexion rotative, la nitruration généralement accroît la limite d'endurance [83,84,85]. Cet accroissement est dû à la présence de contraintes résiduelles de compression dans la zone superficielle des pièces, qui en se superposant à la contrainte appliquée, décalent le maximum vers le cœur du matériau. (Figure III.4). C'est pourquoi l'amorçage des fissures se produit généralement en dessous de la surface à partir de sites de concentration de contraintes comme les inclusions [83,86]. Cruz [88] met en évidence cinq étapes pour la fissuration par fatigue d'un échantillon nitruré :

1. amorçage de la fissure à partir d'une inclusion située sous la couche nitrurée,
2. propagation lente de la fissure qui s'arrête de se propager vers la surface du fait de la diminution du facteur d'intensité de contraintes due aux contraintes résiduelles,
3. propagation de la fissure vers le matériau à vitesse croissante,
4. rupture de la couche nitrurée lorsque le facteur d'intensité de contrainte est suffisamment élevé,
5. rupture finale du matériau caractérisée par un faciès de rupture de cupules dans le cœur.

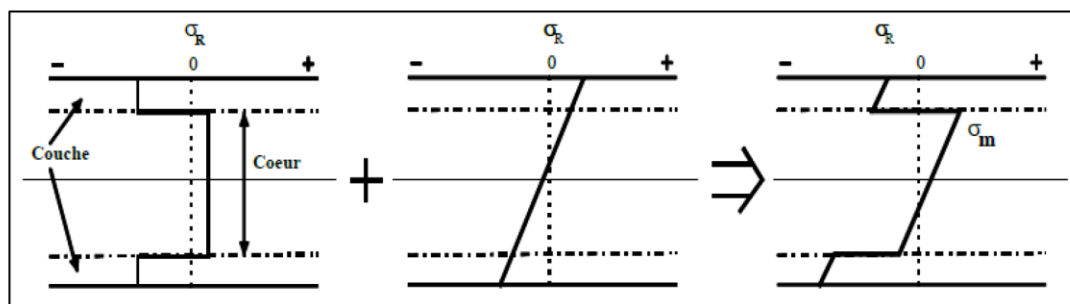


Figure III.4. Représentation schématique de la superposition des contraintes résiduelles et des contraintes appliquées (cas de la flexion)

La plupart des études sur la résistance à la fatigue de flexion des matériaux nitrurés mettent en évidence une augmentation de la limite d'endurance en fonction de la profondeur de nitruration [78]. En particulier, Castex [85] propose la relation suivante :

$$\sigma_D = \sigma_D^0 + \beta Z_n \quad (\text{III.1})$$

où σ_D est la limite d'endurance de l'acier nitruré,

σ_D^0 est la limite d'endurance de l'acier non nitruré,

β est une constante,

Z_n est la profondeur de nitruration.

Les dimensions des pièces sont aussi à prendre en compte puisqu'elles ont une influence sur la répartition et l'augmentation des contraintes résiduelles. Le modèle développé par Sun [83] prend en compte la dimension de l'échantillon dans la relation :

$$\sigma_{lim} = \frac{D}{D-2\delta} \sigma_h \quad (\text{III.2})$$

où σ_{lim} est la limite d'endurance en fatigue du matériau nitruré,

D est le diamètre de l'échantillon,

δ est l'épaisseur de la couche durcie,

σ_h est la contrainte appliquée à l'interface cœur/couche nitrurée lorsque la contrainte en surface est égale à la limite d'endurance en fatigue du matériau nitruré.

Lorsque l'épaisseur de la couche nitrurée est faible par rapport à celle du cœur du matériau, σ_h correspond à la limite d'endurance du matériau non traité. L'augmentation de la limite d'endurance par le traitement de nituration n'est dans ce cas fonction que du rapport $D/(D - 2\delta)$ comme le démontre les résultats présentés sur la figure III.5.

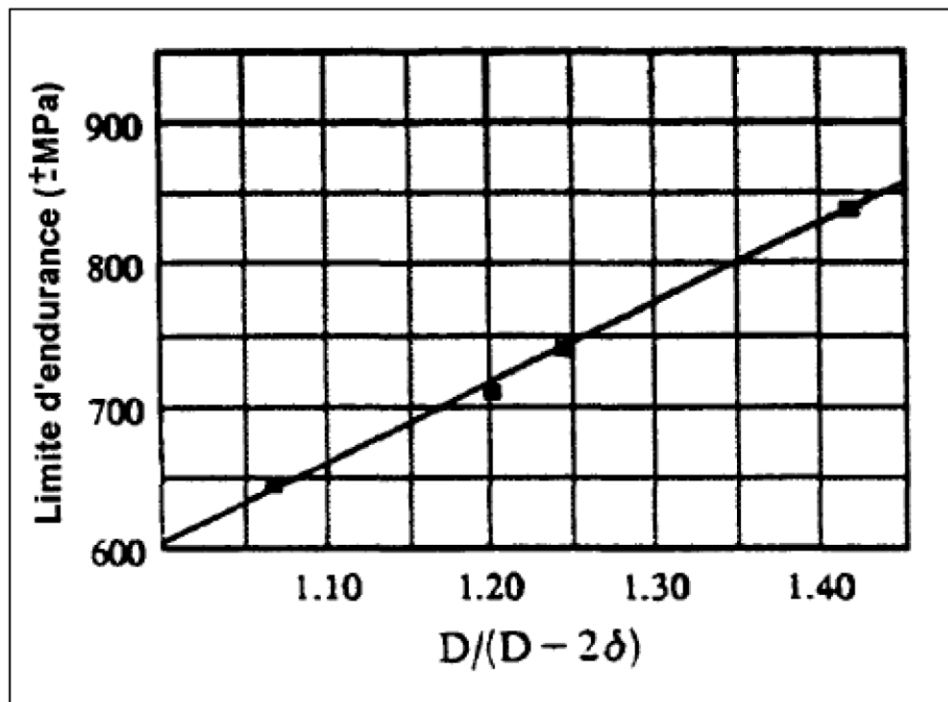


Figure III.5. Relation entre la Limite d'endurance en fatigue d'un acier En40B nitruré ioniquement par plasma et $D/(D - 2\delta)$. D est le diamètre de l'échantillon et (δ est la profondeur de nituration)

Une autre approche est celle de Mittemeijer [80] qui associe aux contraintes résiduelles et aux microdéformations une distribution de la limite de fatigue à travers la pièce. La limite de fatigue est ensuite déduite du point tangent entre cette distribution simplifiée de la limite de fatigue et la droite représentative du champ de contraintes appliquées lors des essais de fatigue de flexion.

La modification de la limite de fatigue observée lors d'un durcissement superficiel des pièces est ainsi expliquée par cet auteur qui envisage trois cas pour l'amorçage des fissures dans un matériau durci superficiellement :

- Si l'épaisseur durcie est faible, l'amorçage a lieu à l'interface cœur/couche durcie à l'endroit où les contraintes résiduelles sont voisines de zéro (Figure III.6a).

- Si l'épaisseur est élevée, l'amorçage s'effectue en surface (Figure III.6b). La profondeur de nitruration n'influe plus sur la résistance à la fatigue, celle-ci ne dépend alors que de la dureté et de l'intensité des contraintes résiduelles superficielles.

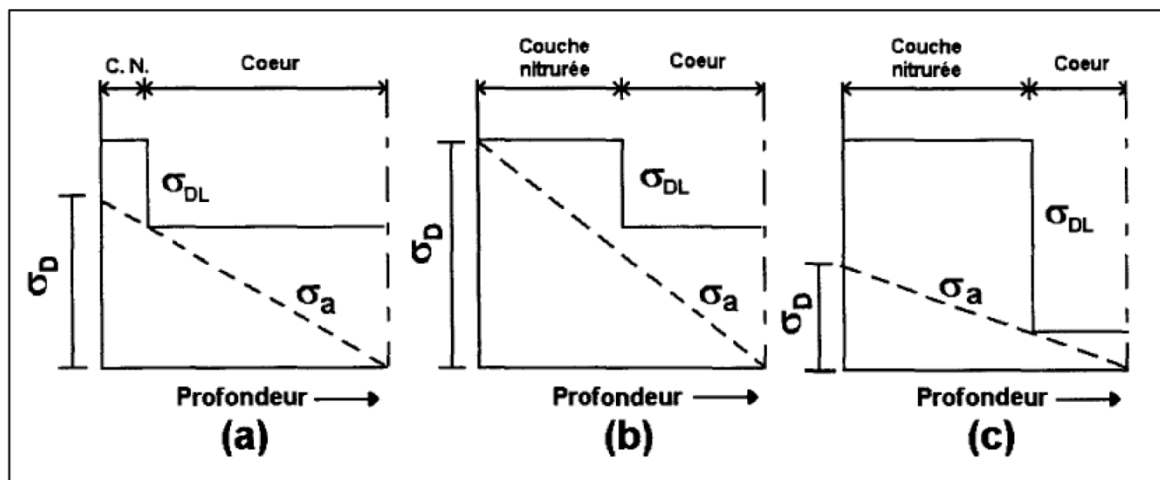


Figure III.6. Représentation schématique du site d'amorçage de fissure lors d'essai de fatigue en flexion (d'après Mittemeijer [80])

- Lorsque l'épaisseur de la couche durcie est faible.
- Lorsque l'épaisseur de la couche durcie est élevée.
- Lorsque le rapport entre l'épaisseur durcie et l'épaisseur totale est élevé.

Où σ_{DL} est la limite locale de fatigue,

σ_a est la contrainte appliquée lors de l'essai

σ_D est la limite d'endurance en fatigue expérimentale (en surface).

Lorsque le rapport entre l'épaisseur durcie et l'épaisseur totale est élevé, les contraintes résiduelles de traction dans le cœur du matériau, équilibrant celles de compression dans les couches durcies, peuvent être élevées. La contrainte résultante peut dépasser la limite d'endurance locale sous la couche durcie et peut conduire à l'amorçage de la fissure à cet

endroit (Figure III.6c). La limite d'endurance du matériau peut alors être considérablement diminuée [80]. Les auteurs Jones et al [88] montrent, lors des essais de fatigue en flexion rotative, que cette diminution de la limite d'endurance en fatigue se produit lorsque le diamètre de l'échantillon est inférieur à sept fois l'épaisseur de la couche durcie.

III.6. Frottement

Le frottement est défini comme la résistance au mouvement d'un corps quand il se déplace tangentiellement par glissement ou par roulement sur un autre. La force tangentielle qui agit dans la direction opposée au mouvement est nommée force de frottement, alors que la force requise pour initier le mouvement est la force de frottement statique F_s . Il y'a aussi une force tangentielle requise pour produire le mouvement relatif qui est connue comme force de frottement cinétique ou dynamique F_k . Il est important de remarquer que le frottement n'est pas une propriété du matériau, c'est une réponse du système tribologique .

Les lois fondamentales qui gouvernent le frottement des corps solides ont été proposées par Coulomb en 1875 avec les hypothèses suivantes [89]:

- ❖ Le frottement statique doit être supérieur au frottement dynamique,
- ❖ Le frottement est indépendant de la vitesse de glissement,
- ❖ La force de frottement est proportionnelle à la charge appliquée,
- ❖ La force de frottement est indépendante de l'aire de contact.

Le frottement est communément représenté par son coefficient (μ), qui est le rapport de la force de frottement (F_f) sur la force normale appliquée (F_N) (Équation III.3) [90].

$$\mu = \frac{F_f}{F_n} \quad \text{(III.3)}$$

Chahinez et al [9,91] montrent par exemple que la présence de couche de nitrure conduit à une réduction du coefficient de frottement par rapport au cas de l'acier non nitruré (vierge), en raison de la diminution du frottement interfacial. Cela permet de comprendre la bonne tenue au frottement de ces aciers lorsqu'ils sont nitrurés. Les fluctuations sont dues aux particules suite au labourage de la couche par la bille du pion, ces particules constituent un troisième corps, elles restent piégées dans la région de contact entre les deux corps antagonistes. Le coefficient de frottement oscille autour d'une moyenne.

Les résultats obtenus de Ekinici et al [92] ont montré une nette amélioration du comportement tribologique de l'acier après nitruration en bain de sel. En effet, les coefficients de frottement pour l'acier nitruré obtenu sont nettement plus petits que dans le cas d'acier non traité (Figure III.7) donc la nitruration améliore d'une manière significative les propriétés tribologiques des aciers.

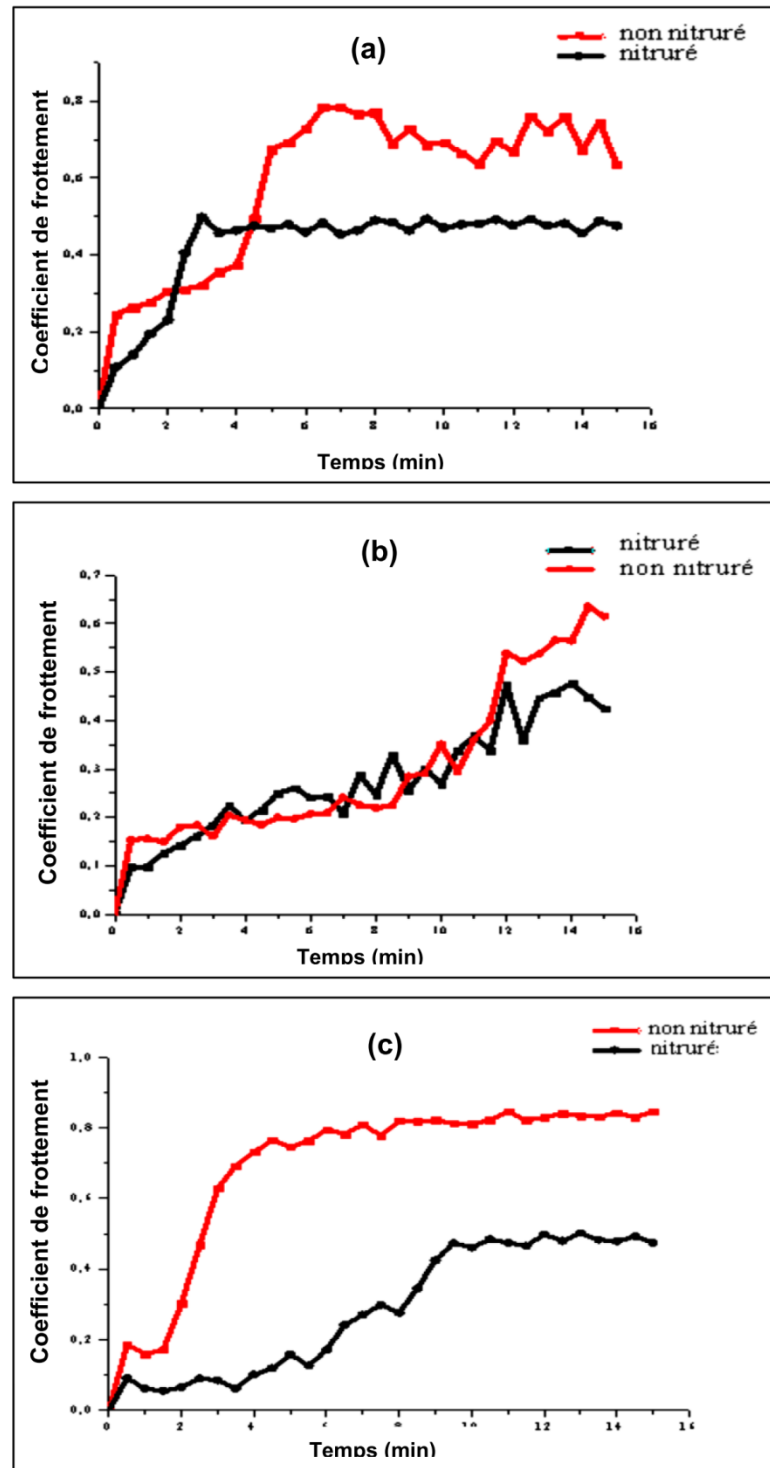


Figure III.7. Coefficient de frottement en fonction du temps, (a) pour l'acier 42CrMn4, (b) pour l'acier 20MnCr5, (c) pour l'acier 32CrMoV13 [9]

III.7. L'usure

L'usure d'une surface est définie comme une perte de matière, accompagnée de modifications géométriques, de perte de masse et la plupart du temps de modifications profondes sur le plan physico-chimique. Elle intervient lorsque deux surfaces en contact ne sont plus capables d'accommoder élastiquement les déformations qu'elles subissent en frottant l'une contre l'autre.

L'usure est souvent due à plusieurs processus : mécaniques, physiques, thermiques ou bien encore chimiques qui agissent simultanément, et très rarement à un seul processus clairement identifiable. Il est possible d'analyser l'usure comme un débit [90,93].

De nombreuses études ont montré que la nitruration améliore la résistance à l'usure, Şerafettin et al [94] montrent que l'échantillon brut de 42CrMo4 (c'est-à-dire sans aucun traitement par nitruration) présente une perte en masse importante en fonction du parcours d'usure, si l'on compare à l'échantillon traité par la nitruration. La figure III.8, présente les courbes d'usure qui donnent la perte de masse en fonction de la distance de glissement parcourus pour des échantillons avant et après la nitruration..

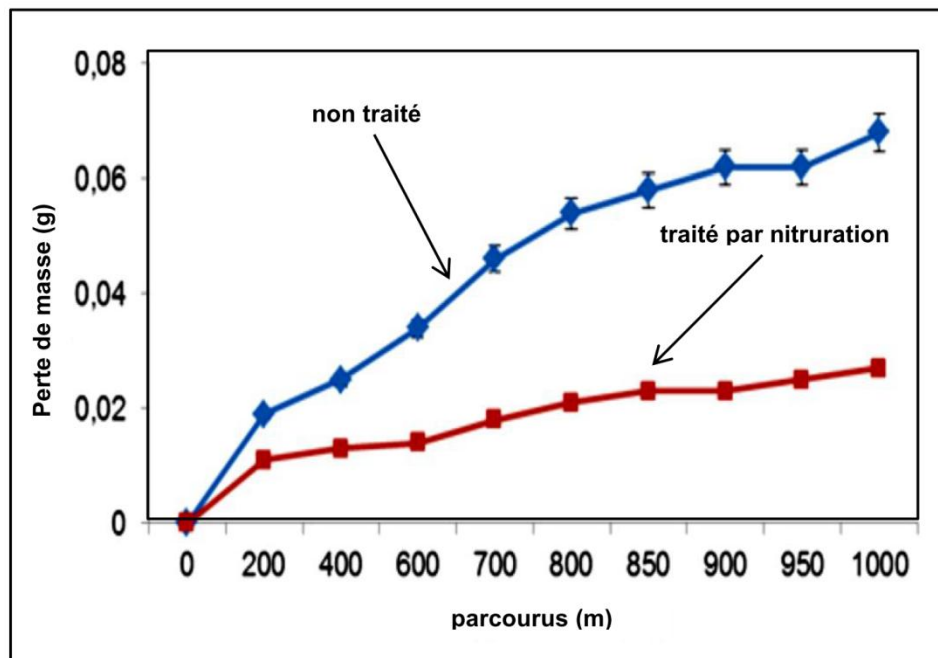


Figure III.8. Perte en masse en fonction parcours, cas (non traité, traité par nitruration) [94]

Zbigniew Gawrońska [95] a montré que la résistance à l'usure dépend principalement, de la dureté de la couche de diffusion et que la nature de la couche de combinaison intervient peu en raison de sa faible épaisseur. D'après L.Barralis [50], l'augmentation de la dureté conduit parfois à des fragilités de couche qui altèrent la tenue à l'usure. Le traitement de nitrocarburation ferritique en bain de sels appliqué aux échantillons a provoqué la formation des couches de combinaison ($\epsilon+\gamma'$) et de diffusion (Solution solide α -Fer en présence des nitrures et des précipités carbures très fins).

III.8. Conclusion

D'un point de vue strictement mécanique, le traitement de nitruration d'un acier se traduit par une augmentation considérable de la dureté superficielle et par l'établissement d'un champ de contraintes résiduelles de compression dans la couche nitrurée. La conjonction de ces effets a pour conséquence, outre l'amélioration de la résistance à l'usure et la résistance au frottement, un accroissement très significatif des propriétés de fatigue, en particulier de flexion.

CHAPITRE IV

Matériau et techniques expérimentales

IV.1. Introduction

Dans ce chapitre nous allons d'abord présenter le matériau utilisé lors de cette étude ainsi que les mécanismes de traitement thermo-chimique (nitruration). Et nous enchaînons par la suite avec la présentation des différentes techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation mécanique et métallurgique de notre nuance avant et après nitruration.

IV.2. Matériau étudié

L'acier utilisé dans cette étude est un acier de construction faiblement allié au chrome molybdène pour trempe et revenu (Acier 42CrMo4). Il présente une bonne trempabilité à l'huile, bonne résistance aux surcharges à l'état traité. Cet acier est très employé en mécanique, pour des pièces de moyennes à fortes sections : arbres, essieux, crémaillères, vilebrequins, bielles, engrenages. Comme il est parfois utilisé pour des pièces trempées superficiellement.

IV.2.1. Equivalences

Sur le tableau IV.1, nous avons présenté les équivalences principales de ce matériau [44].

Tableau IV.1. Equivalences principales de 42CrMo4

| | |
|---------------|----------------|
| UNE-EN | 42CrMo4/1.7225 |
| UNE | F-1252 |
| DIN | 42CrMo4/1.7225 |
| AFNOR | 42 CD 4 |
| ASTM/AISI/SAE | 4140 |

Normes : EN 10083-1,2,3:2008; UNE 36051-1; DIN 17200; NF A35-552-86

IV.2.2. Caractéristiques de la nuance

C'est un acier de traitement pour multiples applications avec une grande résistance mécanique et une haute ténacité, après trempe dans l'huile il sera durci à cœur jusqu'à un diamètre de 60 mm. La micro structure pour des diamètres de barre supérieurs ne sera pas complètement martensitique souvent utilisée pour les composants automobiles fortement sollicités [44].

IV.2.3. Caractéristiques mécaniques moyennes (état trempé et revenu)

Les caractéristiques mécaniques moyennes à l'état trempé et revenu de notre acier sont les suivantes [44] :

- Rm: 750/1300 N/mm² (230/400 Hv).
- Re: 500/900 N/mm² (150/280 Hv).
- A% : 10/14.

IV.2.4. Diagrammes TTT et TRC

La figure IV.1, représente le diagramme TTT de notre acier, qui illustre les transformations de phases (durant le refroidissement interrompu) : de l'austénite (phase mère) en ferrite + perlite à hautes températures (800-600°C) ; puis de l'austénite en bainite aux températures moyennes (590-400°C) ; suivie de celle de l'austénite en martensite à partir de 380°C.

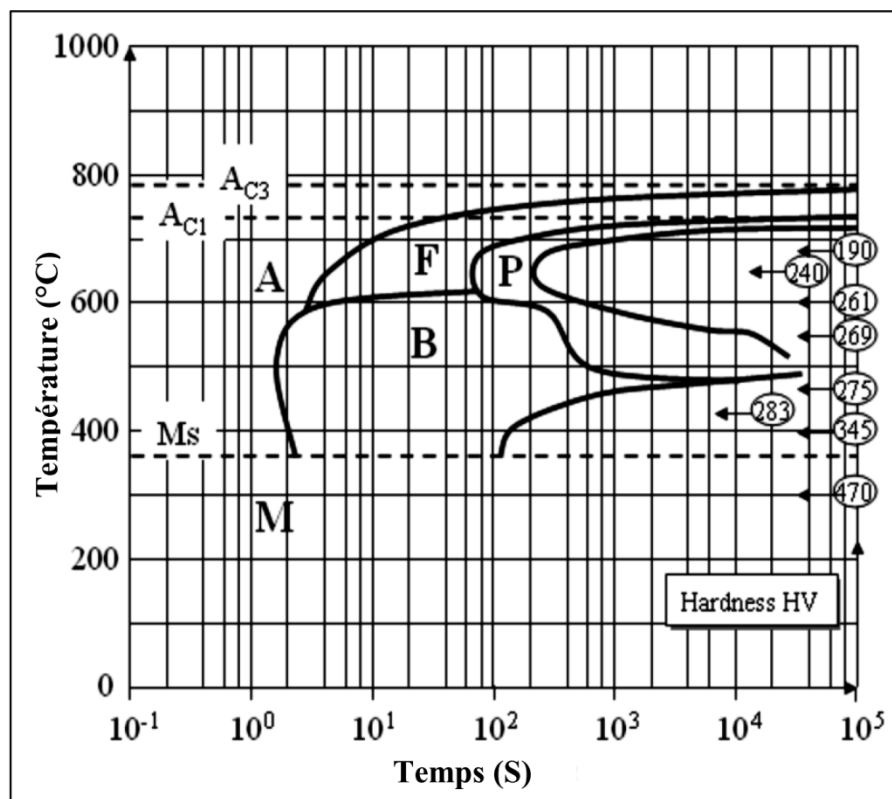


Figure IV.1. Diagrammes TTT de 42CrMo4 [44]

La figure IV.2, représente le diagramme TRC de cet acier, qui met en évidence la transformation de l'austénite durant le refroidissement continu en différentes phases

(martensite, bainite, ferrite-perlite + bainite + martensite) suivant la vitesse de refroidissement (rapide, moyenne, lente).

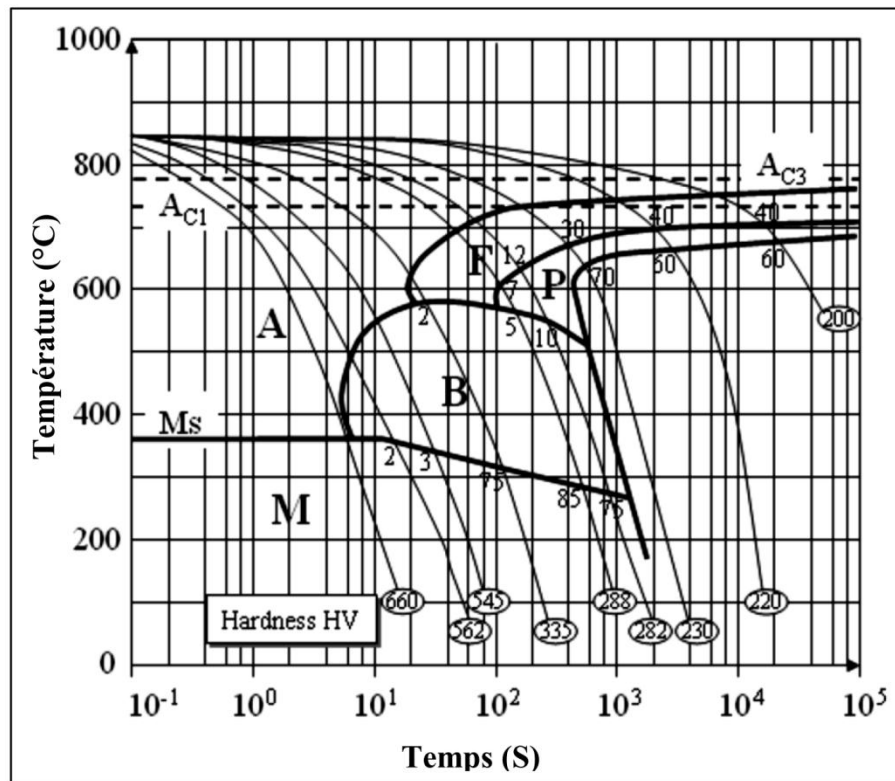


Figure IV.2. Diagrammes TRC de 42CrMo4 [44]

IV.2.5. Analyse chimique

IV.2.5.1. Définition

SOLARIS CCD PLUS est un spectromètre de laboratoire pour l'analyse des métaux ferreux et non-ferreux et de leurs alliages sur une base optique CCD.

Grâce à ses dimensions réduites et à la qualité de ses composants, le Solaris CCD Plus est la solution idéale pour une utilisation dans les Laboratoires jusqu'aux Sites de production. De plus, la technologie CCD lui apporte une grande flexibilité analytique.

IV.2.5.2. Dimensions.

L'ordinateur et l'écran peuvent être placés à proximité du spectromètre, mais également plus loin étant donné que le câble USB (liaison entre spectromètre et l'ordinateur) a une longueur de 3 mètre. Le SOLARIS CCD PLUS est assez compact et léger pour être déplacé sans difficulté. L'instrument doit être placé à au moins 30 cm du mur, afin de permettre une circulation d'air suffisante.

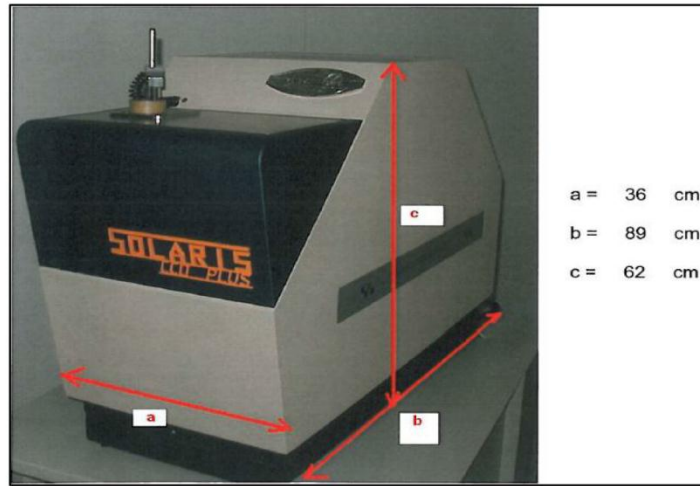


Figure IV.3. SOLARIS CCD PLUS

IV.2.5.3. Analyse chimique de l'acier 42CrMo4

L'analyse élémentaire de la composition chimique de la nuance 42CrMo4 sur notre échantillon a été faite par un spectromètre à arc électrique de type SOLARIS (Figure IV.4a) au niveau du laboratoire de l'entreprise ETRAG.

Après plusieurs lectures nous avons sélectionné deux lectures et nous avons calculé la moyenne comme il est indiqué sur la figure IV.4b.

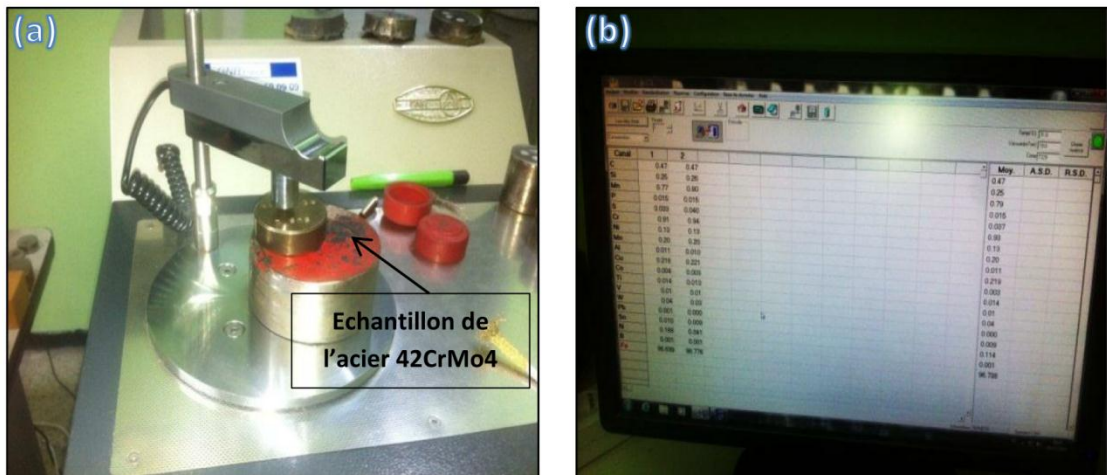


Figure IV.4. Lectures pour l'analyse chimique de l'acier 42CrMo4

Sur le tableau IV.2, nous avons présenté la composition chimique de l'acier 42CrMo4.

Tableau IV.2. Composition chimique (en % massique) de l'acier 42CrMo4

| % | C | Si | Mn | Cr | Ni | P | S | Mo |
|---------|-------------|--------|-----------|-----------|------|---------|---------|------------|
| Exigée | 0.38 - 0.45 | ≤ 0.40 | 0.6 - 0.9 | 0.9 - 1.2 | / | ≤ 0.035 | ≤ 0.035 | 0.15 - 0.3 |
| Trouvée | 0.47 | 0.25 | 0.79 | 0.93 | 0.13 | 0.015 | 0.037 | 0.2 |

IV.3. Traitement de pré-nitruration

IV.3.1. Traitement de trempe

Les échantillons ont été portés à une température d'austénitisation de l'ordre de 850°C pendant un temps de maintien de 30min dans un four électrique (Figure IV.5), suivi d'un refroidissement à l'huile (Figure IV.6) selon le cycle thermique présenté par la figure IV.7.



Figure IV.5. Four électrique de trempe



Figure IV.6. Bain d'huile

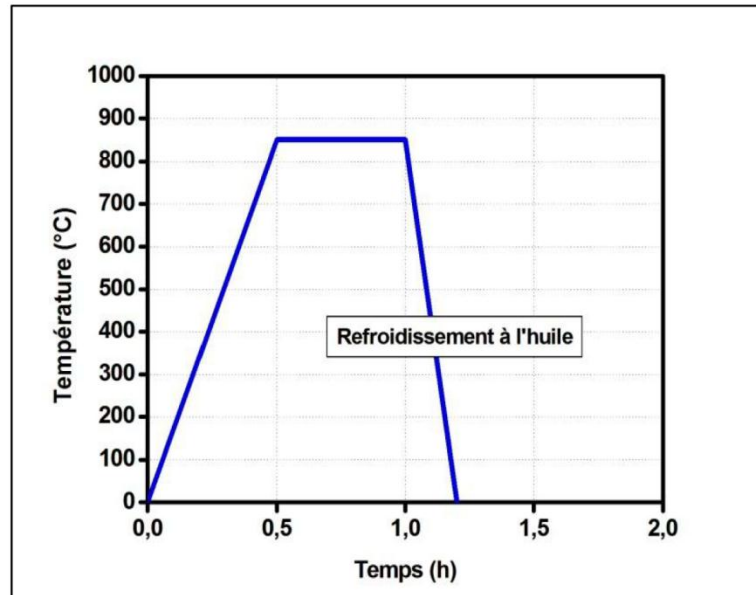


Figure IV.7. Cycle du traitement thermique de trempe

IV.3.2. Traitement de revenu

Après le traitement de trempe à 850°C, ces échantillons ont subis ensuite un revenu à une température de 600°C pendant un temps de maintien de 2h (Figure IV.8), suivi d'un refroidissement (Figure IV.9). Ce traitement double a pour but de :

- ✓ Relaxer les contraintes.
- ✓ Transformer la structure de trempe en structure de revenu.
- ✓ Stabiliser la structure avant le traitement de nitruration.



Figure IV.8. Four électrique de revenu

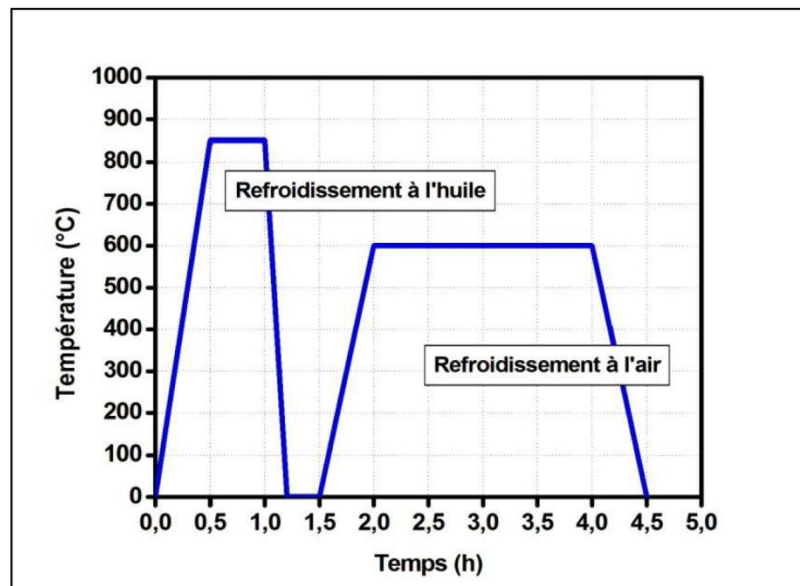


Figure IV.9. Cycle du traitement d'amélioration (Trempe + revenu)

IV.3.3. Les caractéristiques techniques des fours de traitements thermiques

Nous avons présenté sur le tableau IV.3, les caractéristiques techniques des fours de traitements thermiques.

Tableau IV.3. Les caractéristiques techniques des fours de traitements thermiques

| Caractéristique technique | Four de trempé 20711 | Four de revenu 20712 |
|--|--|--|
| Dimension de la zone de travail : Hauteur Largeur Profondeur | 900 mm 1600 mm 1900 mm | 900 mm 1600 mm 1900 mm |
| Température de la zone de travail (°C) | Max.1000 | Max.750 |
| Température de travail (°C) | 700-1000 | 250-750 |
| Régulation de la température | Automatique | Automatique |
| Fonctionnement | Commande à pleine charge en circulation pas à pas. | Commande à pleine charge en circulation pas à pas. |
| Manœuvre des portes | Par électromoteur | Par électromoteur |
| Poids (absolu) | 10500kg | 10000kg |
| Poids de charge | Max.2000kg | Max.2000kg |

IV.4. Traitement de nitruration

Pour notre étude nous avons utilisé la nitruration en bain de sel (TENIFER), ce procédé diffuse en surface simultanément les atomes d'azote, de carbone et d'oxygène (suite à l'insufflation de l'air). Les traitements de nitruration sont réalisés au niveau de l' ETRAG – Constantine.

IV.4.1. Préchauffage

Avant le traitement de nitruration, tous les échantillons de 42CrMo4 ont été préchauffés à la température 350°C dans un four à résistance auxquels ils ont été mis dans des rampes de chargement en vrac dans des paniers d'acier inoxydable (voir Figure IV.10), puis immergés dans le bain de sels (voir Figure IV.11).

**Figure IV.10.** Paniers d'acier inoxydable**Figure IV.11.** Four à cuve de préchauffe

IV.4.2. Bain de sels

Après avoir chauffé les échantillons à 350°C dans le four de préchauffe, ces derniers sont ensuite suspendus à l'aide de petits paniers dans le bain de four DEGUSSA (voir Figures IV.12 et IV.13) à une température de 580°C à des temps de maintiens allant d'une heure (1h) jusqu'à dix heures (10 h). Nous avons répété cette procédure pour la température de 520°C.

**Figure IV.12.** Bain de four DEGUSSA**Figure IV.13.** Paramètres de four

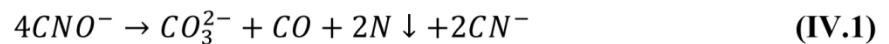
La composition chimique du bain de nitruration est maintenue dans les limites suivantes : Cyanate : $36 \pm 2 \%$; Carbonate : $19 \pm 2 \%$; Cyanide : environ 0.8 %. La figure IV.14 illustre les produits chimiques utilisés dans le bain de sel



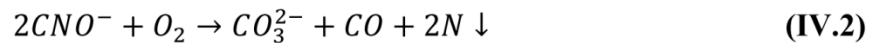
Figure IV.14. Les produits chimiques de bain

L'élément nitrurant est le Cyanate CNO^- qui se décompose suivant une double réaction de dismutation et d'oxydation.

- ✓ Réaction de dismutation:



- ✓ Réaction d'oxydation:



L'oxygène est apporté à la surface par l'air ambiant et par l'air comprimé introduit dans les bains. Il s'y ajoute une réaction de carburation par le monoxyde de carbone produit :

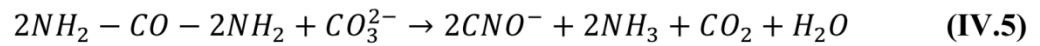


L'essentiel des cyanures produits au cours de la réaction de dismutation est reconverti en cyanate directement par oxydation :



L'épuisement des cyanates abouti à la formation de carbonates qu'il faut reconvertir en cyanates par régénération à l'aide d'un sel spécial dont la nature exacte constitue le savoir-faire des procédés commercialisés sous les marques : SURSULF et TENIFER.

Le principe est d'utiliser un composé du type amine, comme l'urée, qui donnerait la réaction :



Cette réaction doit être contrôlée de façon à limiter les teneurs en vapeur d'eau et en ammoniac dans le bain.

La vapeur d'eau conduit à une augmentation du pouvoir oxydant du bain avec une tendance à former des oxydes avec les sels, entraînant une pollution du bain et une mauvaise qualité des couches (porosité importante).

L'ammoniac NH_3 augmente le pouvoir nitrurant du bain mais favorise la croissance rapide des couches avec formation des porosités.

Donc la nitruration en bain de sel provoque à la surface en contact avec des sels la formation de pores, bien que leurs présence n'est pas nécessairement un inconvénient car elles favorisent la sustentions du film d'huile en frottement lubrifié et facilitent le rodage, toutefois une proportion trop importante de porosités réduit la résistance à l'usure et rend la couche fragile. Cependant, le principal problème pour cette technique est le traitement des déchets et des effluents, et par conséquent elle entraîne une discontinuité de la couche nitrurée et une dégradation des propriétés de corrosion.

La Figure IV.15 illustre cycle du nitruration en bain de sel.

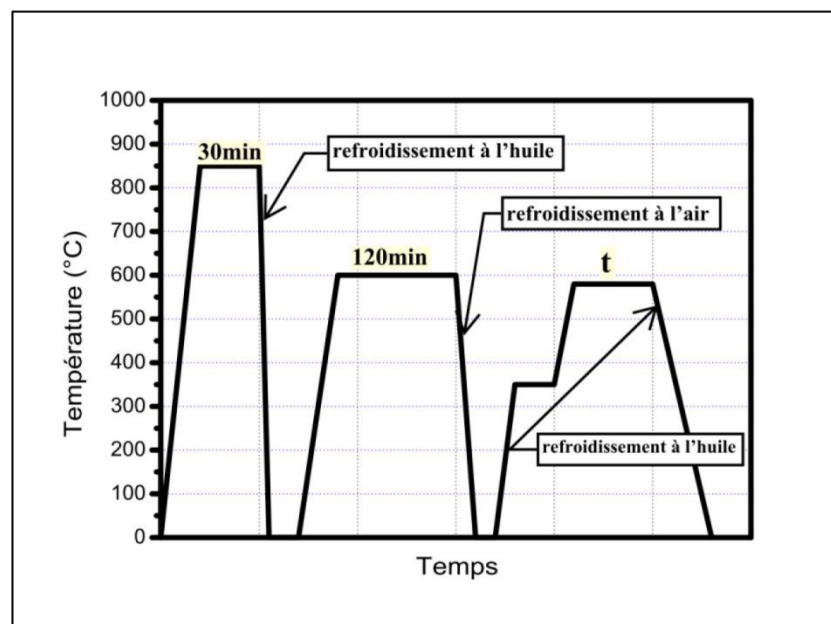


Figure IV.15. Cycle du traitement thermique de Nitruration

IV.4.3. Refroidissement et lavage

Après extraction des échantillons du bain, ils ont été refroidis dans un bain d'huile comme le montre la figure IV.16, enfin, ils ont été lavés dans de l'eau alcaline pour éliminer tous les résidus de sels, La figure IV.17 illustre le bain d'eau alcaline.



Figure IV.16. Bain de refroidissement d'huile



Figure IV.17. Bain de nettoyage d'eau alcaline

IV.4.4. Les caractéristiques techniques de four en bain de sel

Tableau IV.4. Les caractéristiques techniques de four en bain de sel

| Type de four | Procédé | Température (°) | Temps (h) |
|--------------------------|---------|-----------------|------------------------------------|
| Four à cuve (DEGUSSA) | TENIFER | 500 -580 | 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 et 10 |

IV.5. Caractérisation structurale

IV.5.1. Préparation des échantillons

La qualité des résultats obtenus est fortement influencée par les soins apportés à la préparation qui comporte plusieurs étapes successives décrites dans les sections suivantes.

IV.5.1.1. Le polissage

Le but du polissage est de réaliser sur une coupe de l'échantillon de 42CrMo4, une surface plane afin d'obtenir une image représentative de sa structure. Au début, les échantillons sont polis par machine de polissage avec papier de verre (voir Figure IV.18), Chaque changement de papier est précédé d'un rinçage de l'échantillon à l'eau puis à l'éthanol, Le polissage se termine par suspensions diamantées de granulométrie décroissante de 3 et 1 μm (voir Figure IV.19).



Figure IV.18. Polisseuse à papiers abrasifs **Figure IV.19.** Polisseuse à pâte diamantée

IV.5.1.2. L'attaque chimique

L'attaque permet de révéler la microstructure des métaux par dissolution différentielle de chaque phase constituant le matériau par immersion ou par contact de l'échantillon fraîchement poli et sec dans le réactif. Elle crée le contraste nécessaire à l'observation des différents constituants. La neutralisation de l'attaque est obtenue par un rinçage abondant à l'eau ou à l'alcool afin qu'elle puisse révéler par exemple :

- la grosseur et la forme des grains (petit grains : refroidissement rapide ; gros grains refroidissement lent)
- la microstructure et les phases en présence suite aux traitements.

- la répartition d'inclusions ou de cavités.

Pour notre cas, le réactif d'attaque est le Nital à 3% (3mL d'acide nitrique + 97 mL d'alcool éthylique).

IV.5.2. Microscopie optique

La microscopie optique a été utilisée dans ce travail comme première technique d'observation des différents échantillons avant et après nitruration, en particulier pour caractériser les différents changements dans la microstructure de notre nuance. L'observation métallographique est précédée par une préparation de l'échantillon (polissage à l'aide de papiers abrasifs de grades décroissants jusqu'au grade 3000, polissage de finition par suspensions diamantées, et attaque chimique permet d'obtenir les surfaces polies miroir). Pour ce genre d'examen, nous avons utilisé un microscope optique de type GA-120 (Figure IV.20) au niveau de laboratoire de l'université Larbi Tebessi -Tebessa, équipé d'un appareil photo numérique, qui permet la prise des images numériques à l'aide d'un ordinateur, ce dernier nous permet l'enregistrement de ces micrographies. Ainsi l'image de chaque type d'échantillons est enregistrée dans des fichiers, pour les analyses ultérieures. L'observation de chaque échantillon a été faite à différents grossissements.



Figure IV.20. Microscope optique de type GA-120

IV.5.3. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est une technique puissante d'observation fine des échantillons. Elle constitue un excellent prolongement de la microscopie optique.

Elle est fondée principalement sur la détection des électrons rétrodiffusés émergents de la surface sous l'impact d'un très fin pinceau d'électrons primaires qui balaye la surface observée. Elle permet aussi l'obtention des images avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm et une grande profondeur de champ. La figure IV.21 illustre le schéma du principe de microscopie électronique à balayage.

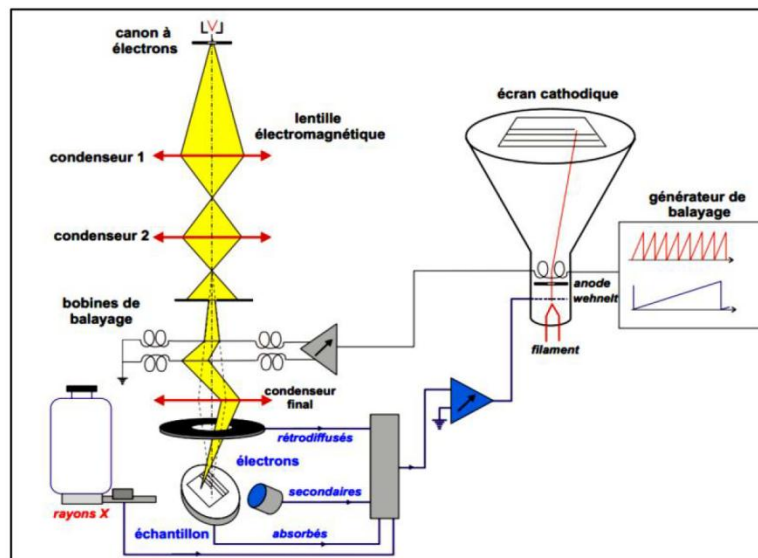


Figure IV.21. Schéma de principe de la microscopie électronique à balayage

Dans notre cas, nous avons effectué des observations au MEB sur un microscope Jeol JSM-6060LA (Figure IV.22) au niveau de laboratoire de l'université de Nantes - France. Cette technique nous a permis d'examiner l'épaisseur et la morphologie des couches de l'acier 42CrMo4 avant et après la nitruration.



Figure IV.22. JOEL JSM-6060 LA

IV.5.4. La diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X (DRX) a été mise en œuvre afin d'identifier les différentes phases présentes dans les couches superficielles de 42CrMo4 après la nitruration à 580°C.

La technique de diffraction des rayons X s'appuie sur le fait qu'un réseau cristallin est constitué d'un empilement de familles de plans réticulaires parallèles et équidistants. Le faisceau de rayons X incident est réfléchi partiellement par le premier plan. Le faisceau non réfléchi 'tombe' sur le deuxième plan pour être à nouveau partiellement réfléchi. Et ainsi de suite. Pour que les ondes diffusées par les différents plans soient en phase et que l'intensité totale de l'onde diffusée soit importante, il faut que la relation de Bragg soit satisfaite:

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (\text{IV.6})$$

où d : est la distance des plans réticulaires, λ la longueur d'onde et n l'ordre de la réflexion. Cette relation, montre qu'il suffit de mesurer les angles de Bragg (θ) pour déterminer les dimensions et la forme de la maille élémentaire du cristal (figure IV.23). Les amplitudes des ondes réfléchies permettent de déterminer la structure atomique du motif.

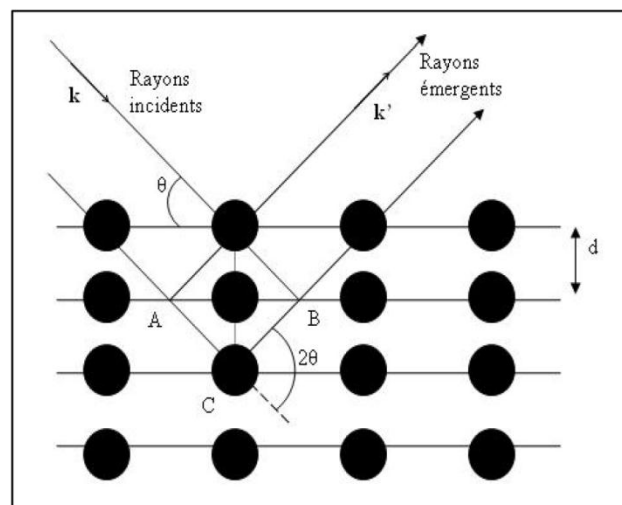


Figure IV.23. Réflexion des rayons X dans le matériau

Dans notre étude, nous avons utilisé un diffractomètre de type Philips, l'anticathode utilisée est en cuivre ($\lambda_{Cu-K\alpha} = 0,154 \text{ nm}$). Les conditions d'acquisitions des diagrammes de diffraction sont effectuées en conditions symétriques, avec un pas de $0,02^\circ$ et une gamme d'angle de 2θ (20 à 90°). L'indexation de pics de diffraction a été obtenue grâce à la base des données constituée des fiches ASTM (American Society for Testing and Materials).

IV.6. Caractérisation mécanique

IV.6.1. Microdureté Vickers

La microdureté est une partie complémentaire de l'examen métallographique qui donne un aperçu sur les caractéristiques mécaniques, en mesurant la dureté des matériaux.

Le principe de l'essai consiste à exercer sur la surface de l'échantillon à étudier une force constante pendant un temps (t) donné à l'aide d'un poinçon en diamant très dur appelé pénétrateur, ce dernier a une forme pyramidale à base carrée, la dureté Vickers (Vickers Hardness) est alors définie par le quotient de la charge appliquée F par la surface de l'empreinte permanente S (Figure IV.24).

Avec F : la charge appliquée (en kgf) par le pénétrateur, S : la surface latérale (en mm^2) de l'empreinte pyramidale). Elle est définie par :

$$S = \frac{1}{2} \frac{d^2}{\sin(136^\circ/2)} \quad (\text{IV.7})$$

$$Hv = 0.1891 \times \frac{F}{d^2} \quad (\text{IV.8})$$

Avec $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$ (d_1 et d_2 en mm).

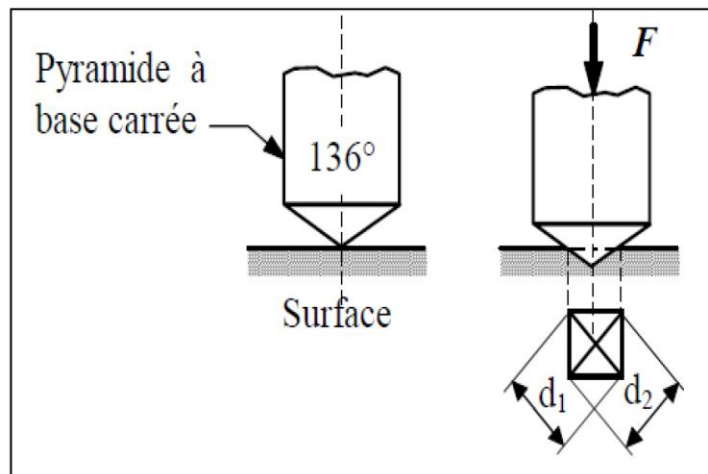


Figure IV.24. Principe et conduite de l'essai de Vickers

Nos mesures de microdureté avant et après la nitruration de bain de sel ont été procédées sur coupe transversale à l'aide du microduromètre : Digital Micro Vickers Hardness Tester Model: HVS-1000Z à pénétration Vickers (Figure IV.25). Ce dernier a permis de mesurer la dureté Vickers (Hv) sous une charge de 10 à 1000g, suivant la norme ASTM E384-99. Chaque

couche de 42CrMo4 obtenue avant et après la nitruration a été caractérisée par filiations de microdureté afin de déterminer la profondeur efficace de nitruration.

Pour réaliser les profils de microdureté, les échantillons sont coupés d'une façon transversale puis polis mécaniquement. Aucune attaque chimique n'est cependant réalisée afin de faciliter la mesure des empreintes. Les pointés (empreintes) sont effectués depuis la surface jusqu'au substrat de nos échantillons de 42CrMo4 sous une charge de 300 gf pendant 15 à 20 secondes.



Figure IV.25. Digital Micro Vickers Hardness Tester (Model: HVS-1000Z à pénétration Vickers)

IV.6.2. Essai de traction

L'essai de traction est le procédé expérimental le plus largement utilisé dans l'étude du comportement mécanique. Il permet l'étude détaillée des propriétés mécaniques de base (le comportement élastique d'un matériau et le degré de résistance à la rupture d'un matériau).

Le Principe de l'essai de traction (Figure IV.26) montre que l'éprouvette est tenue en deux points (par une pince ou un crochet). L'éprouvette est alors étirée à vitesse constante. Cet essai permet de tracer une courbe dite de traction à partir de laquelle les caractéristiques suivantes peuvent être déduites :

- ✓ la déformation élastique en fonction de la force appliquée d'où on peut déduire les dimensions de l'éprouvette et le module d'Young ;
- ✓ la limite élastique souvent notée R_e , ou bien la limite d'élasticité à 0,2 % $R_{e0,2}$;
- ✓ la déformation plastique ;
- ✓ la résistance à la traction ou tension de rupture souvent notée R_m , qui est la contrainte maximale atteinte en cours d'essais.

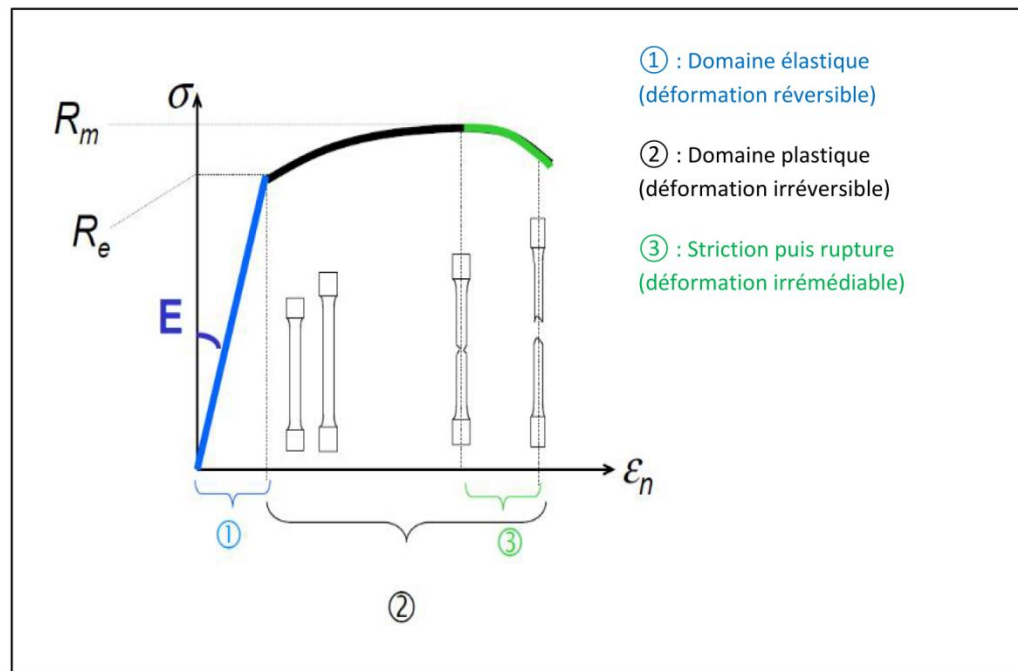


Figure IV.26. Représentation d'une courbe de traction

Les éprouvettes que nous avons utilisées sont normalisées et découpées au niveau de l'entreprise tracteur agricole ETRAG - Constantine. Sur la figure IV.27, nous avons représenté la géométrie ainsi que les dimensions de l'éprouvette cylindrique utilisée dans le cadre de ce travail.

L'objectif de l'essai de traction est de connaître l'effet du traitement thermo-chimique (nitruration de bain de sel) sur les propriétés mécaniques du 42CrMo4 telles que le module d'élasticité, le coefficient de Poisson, la limite d'élasticité, la résistance à la rupture, l'allongement après rupture.

Pour cette raison, nous avons effectué des essais de traction sur quatre échantillons avant la nitruration et quatre échantillons après la nitruration (à 580°C pendant 10 heures). La figure IV.28 présente une éprouvette de traction pour notre nuance avant et après la nitruration.

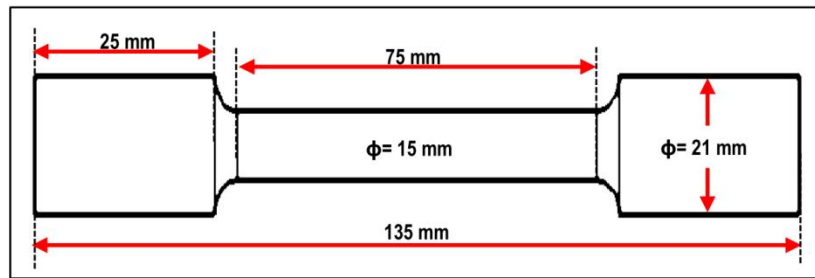


Figure IV.27. Représentation dimensionnelle des éprouvettes utilisées



Figure IV.28. Eprouvettes de traction de 42CrMo4 avant et après nitruration

Les essais de traction sont réalisés au niveau du laboratoire génie civil à l'université Larbi Tebessi–Tebessa à l'aide d'une Machine de traction universelle (Figure IV.29), ces essais ont été effectués à température ambiante avec une vitesse de déformation constante.

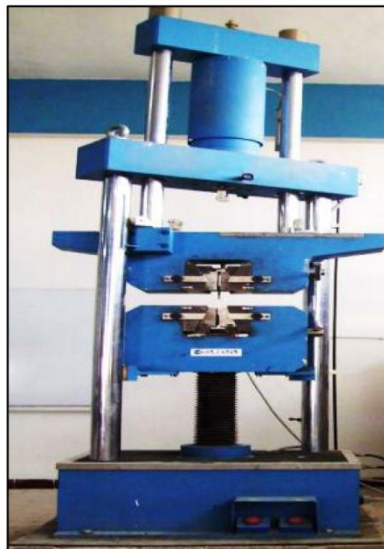


Figure IV.29. Machine utilisée pour les essais de traction

IV.6.3. Essai de Résilience

La résilience d'un matériau caractérise sa capacité à absorber un choc sans se rompre ; celle-ci peut être mesurée sur des machines de type Charpy. La résistance au choc Charpy représente l'énergie du choc absorbée par l'éprouvette lors de sa rupture, rapportée à la section initiale de l'éprouvette. Au cours de cet essai, l'éprouvette Charpy est rompue à l'aide d'un pendule de masse «m» qui tombe d'une hauteur H. Après avoir cassé l'éprouvette, le pendule remonte à une hauteur H'. La résilience du matériau est déterminée par l'énergie absorbée rapportée à la surface rompue (voir Figure IV.30).

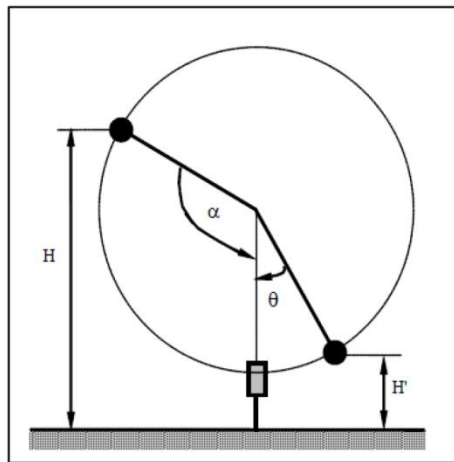


Figure IV.30. Principe de l'essai de résilience

L'énergie consommée par la rupture est directement associée à l'angle de remontée du pendule, elle s'exprime par la relation suivante :

$$KV = mgl(\cos \alpha - \cos \theta) \quad (\text{IV.9})$$

- **m** : masse du pendule,
- **l** : longueur du pendule
- **α** : angle initial au départ du pendule.
- **θ** : angle de remontée du pendule après le choc

Pour ce fait, nous avons réalisé des éprouvettes normalisées de 42CrMo4 au niveau de l'entreprise tracteur agricole ETRAG - Constantine. Comme, nous avons présenté sur la figure IV.31 la géométrie et les dimensions des éprouvettes utilisées. La même géométrie est conservée pour tous les essais. Les éprouvettes sont des éprouvettes entaillées en forme V (45° d'ouverture et de 2mm de profondeur) et en U (2 mm de largeur et de 5 mm de profondeur). Les notations utilisées pour cette résilience sont :

- KV pour la résilience sur éprouvette ISO à entaille en V en Joules
- KCV pour la résilience sur éprouvette ISO à entaille en V en Joules/cm²
- KU pour la résilience sur éprouvette ISO à entaille en U en Joules
- KCU pour la résilience sur éprouvette ISO à entaille en U en Joules/cm²

KCV est obtenu en multipliant KV par 1,25. De même KCU est obtenu par multiplication de KU par 2.

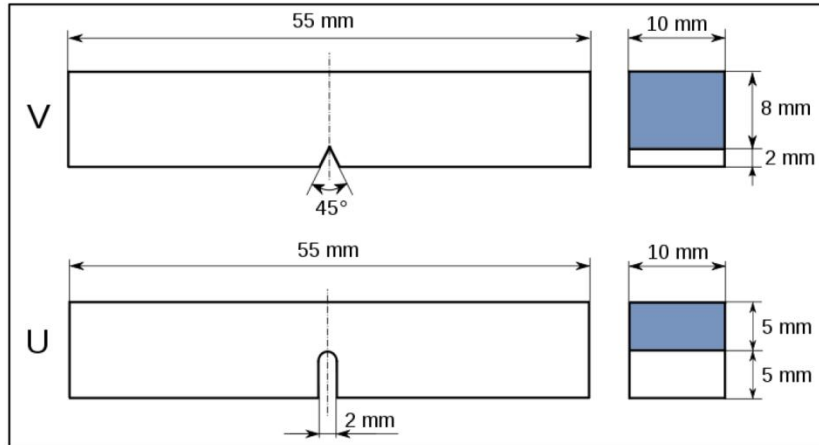


Figure IV.31. Géométrie des éprouvettes de résilience

Pour notre étude nous avons réalisé des essais de résilience sur huit échantillons avant la nitruration (quatre échantillons en forme V et quatre autres en forme U), et sur huit autres échantillons après nitruration à 580°C pendant 10 heures. La figure IV.32 présente une éprouvette en U pour notre nuance avant et après la nitruration..

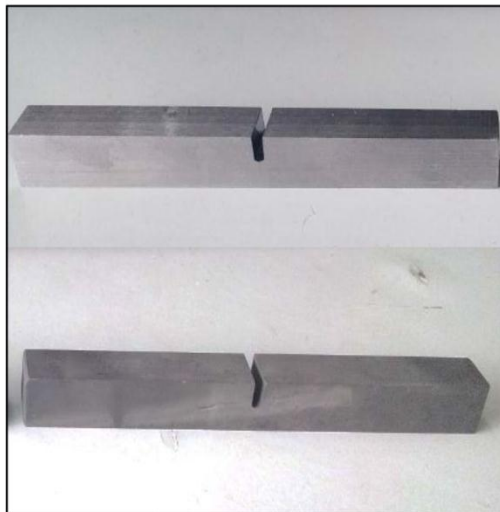


Figure IV.32. Eprouvettes de résilience de 42CrMo4 avant et après nitruration

Les essais de résilience ont été effectués au sein du laboratoire génie mécanique à l'université Mantouri Annexe Chaabat Ersass – Constantine et ils sont réalisés sur une machine spéciale

appelée : RESILIENCE CONTROLAB avec pendule Charpy de 300 J de capacité (Figure IV.33).

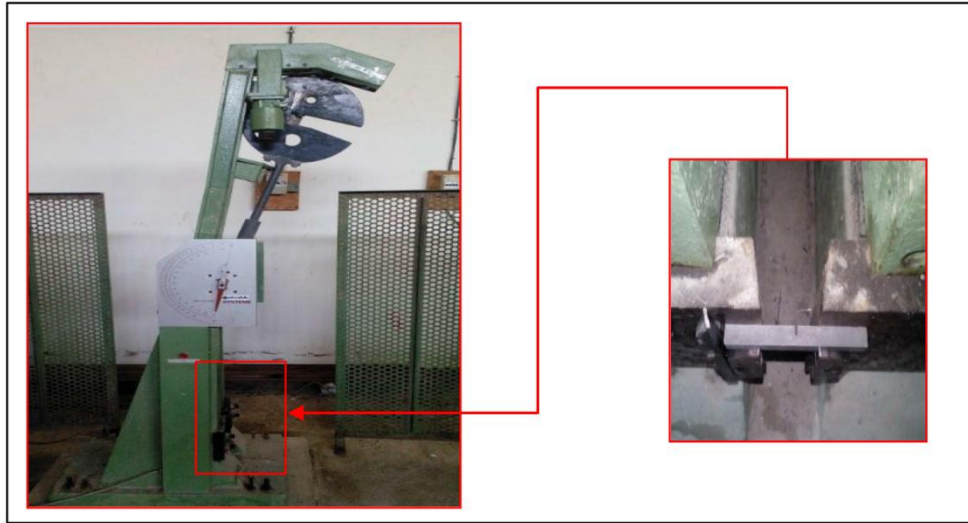


Figure IV.33. Machine utilisée pour les essais de résilience

IV.6.4. Tests tribologiques

La résistance à l'usure permet d'apporter une information complémentaire sur les propriétés mécaniques des couches. L'usure est la perte de matière sur les couches superficielles de contact entre deux solides en mouvement. L'usure par frottement est définie comme étant l'usure par déplacement de matière produite par des particules dures ou des protubérances dures. Donc l'usure par frottement est le résultat du frottement par glissement ou par déformation plastique.

Pour étudier le comportement tribologique de 42CrMo4 avant et après la nitruration, nous devons nous intéresser à la mesure du coefficient de frottement et l'estimation de la perte de masse. Pour ce fait, nous avons utilisé un tribomètre pion-disque comme le montre la figure IV.34. Le pion est une bille en acier 100C6 de diamètre 3 mm, le disque est animé d'un mouvement de rotation.

Le principe de l'essai (Figure IV.35) consiste à frotter la surface de l'échantillon de poids initial (P_0) contre un papier émeri, fixé sur un disque métallique tournant à une vitesse constante pendant un temps fixe. L'échantillon est pesé après chaque fin de cycle pour déterminer le poids instantané P_i . Ensuite, la perte de poids (Δm) est calculée d'après la relation :

$$\Delta m = P_0 - P_i \quad (\text{IV.10})$$

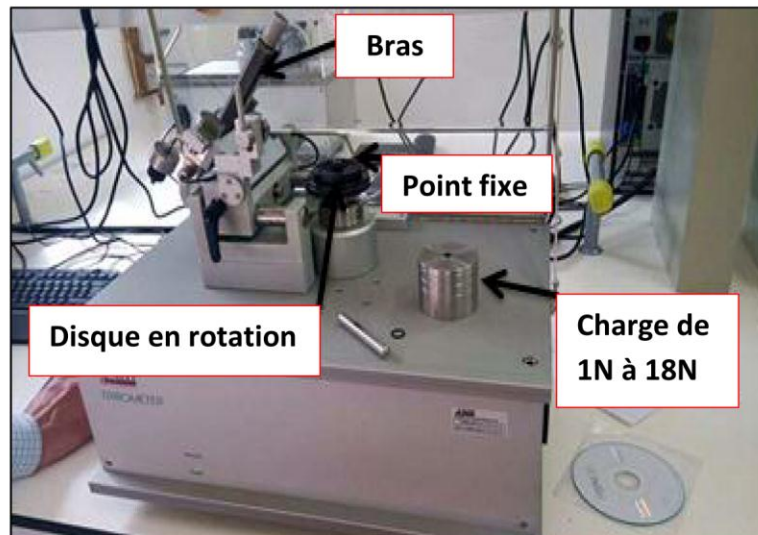


Figure IV.34. Tribomètre (Bille-Disque/Pion-Disque)

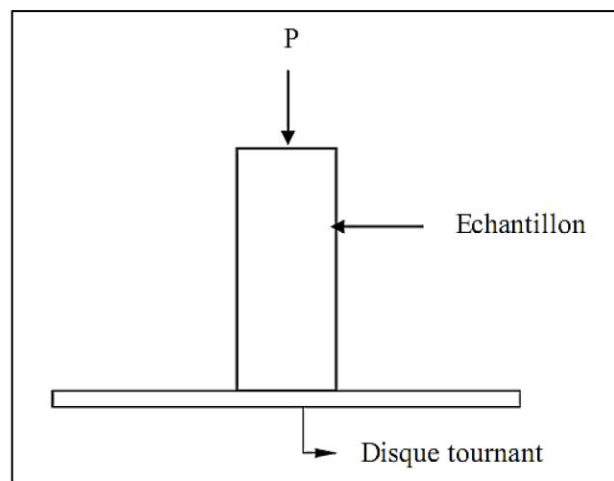


Figure IV.35. Schéma de principe de l'essai d'usure par frottement

Les échantillons utilisés pour la réalisation de nos essais (avant et après nitruration) (figure IV.36) sont découpés au niveau d'entreprise tracteur agricole ETRAG - Constantine.

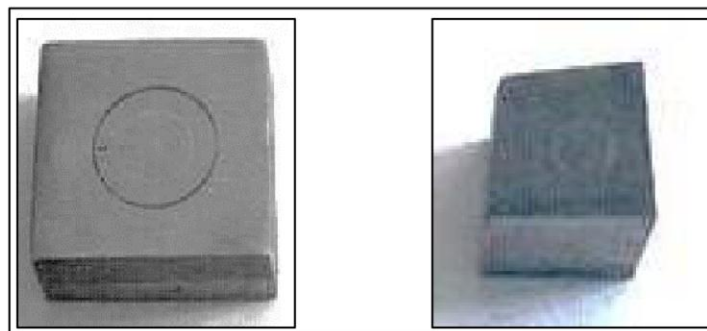


Figure IV.36. Echantillons utilisés avant et après nitruration

IV.7. Rugosité

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'étude de la variation de l'état de surface avant et après nitruration. Les mesures de nos paramètres de rugosité et les figures des profils des pièces usinées ont été réalisées au sein du laboratoire de l'université de Nantes - France - à l'aide de rugosimètre de type : micromesure STIL, model MPLS 180, doté d'un enregistreur permettant de donner un profil de rugosité de la surface étudiée (Figure IV.37). Ce dernier est relié à un capteur inductif, qui amplifie et enregistre les signaux relatifs à son déplacement sur la surface contrôlée. L'appareil est relié à un ordinateur pour l'utilisation du logiciel de traitement de données « MountainsMap© » qui permet d'obtenir un nombre important d'information sur l'état de surface. Il calcule tous les paramètres de rugosité obtenus sur un profil (paramètres définis dans les normes : ISO 4287:1997), mais aussi les paramètres de rugosité de surface et bien d'autres informations permettant de caractériser la surface des échantillons (courbe de portance, profil de niveau, hauteur de marche, densité de pics...).

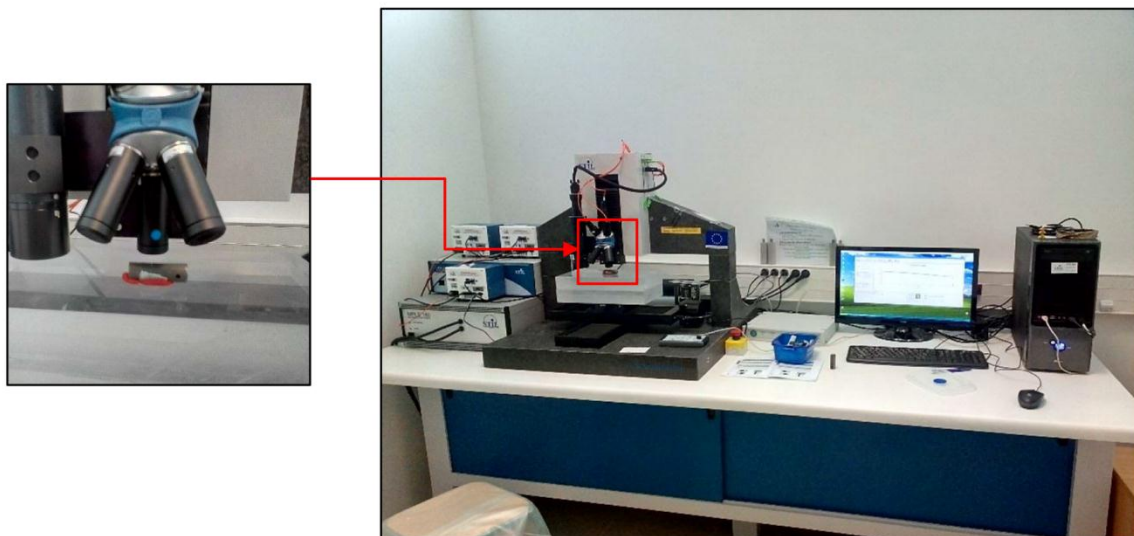


Figure IV.37. Micro-mesure STIL, model MPLS 180

IV.7.1. Ecart moyen arithmétique

Écart moyen, ou moyenne arithmétique des distances entre pics et creux successifs "Ra" correspond à la différence entre cette distance moyenne et la "ligne centrale". Ce paramètre "moyen" permet de donner une indication générale résumant les autres paramètres de rugosité

d'une surface donnée, et est par conséquent fréquemment utilisé. L'élaboration de la valeur R_a est illustrée sur la figure IV.38. La formule utilisée pour le calcul de R_a est la suivante :

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |Z(x)| dx \quad (\text{IV.11})$$

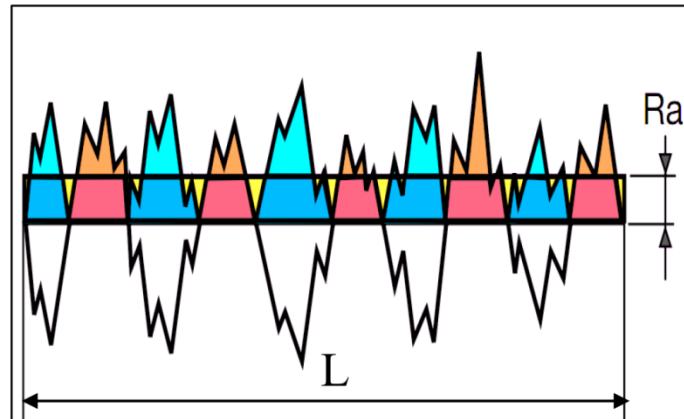


Figure IV.38. Rugosité moyenne arithmétique [92]

IV.7.2. Ecart moyen quadratique

La rugosité moyenne quadratique R_q représente la moyenne quadratique de toutes les valeurs du profil de rugosité R calculée sur la longueur d'évaluation L (figure IV.39). Pour calculer cette rugosité R_q nous utilisons la relation suivante :

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L Z^2(x) dx} \quad (\text{IV.12})$$

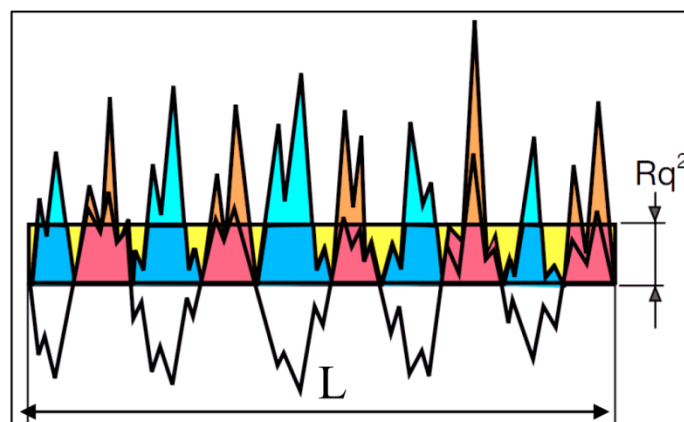


Figure IV.39. Rugosité moyenne quadratique [92]

IV.7.3. Hauteur totale

La hauteur totale est la somme de la plus grande des hauteurs de saillie du profil, et de la plus grande des profondeurs de creux du profil, à l'intérieur d'une longueur d'évaluation (figure IV.40). La formule utilisée pour le calcul de R_z est la suivante :

$$R_z = R_p + R_v \quad (\text{IV.13})$$

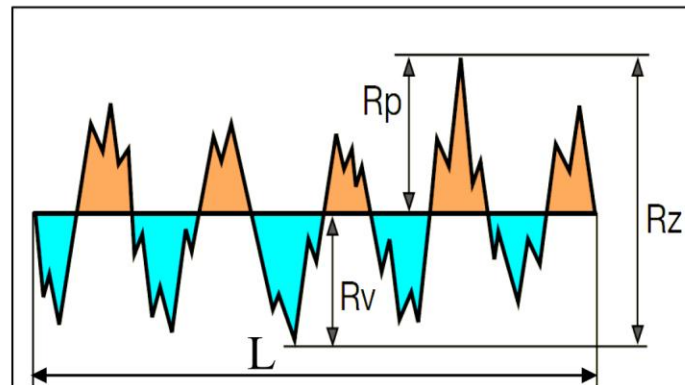


Figure IV.40. Rugosité totale maximale [92]

IV.8. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté la nuance utilisée dans cette étude ainsi que les mécanismes de traitement thermochimique (nitruration en bain de sels) et nous avons également présenté des différentes techniques d'investigation utilisées pour la caractérisation mécanique et métallurgique de notre nuance avant et après nitruration telles que: la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la diffraction de rayons X, dureté, résilience, traction, usure et mesure de rugosité.

CHAPITRE V

Résultats et discussions

V.1. Introduction

Dans ce chapitre nous avons présenté tous les résultats expérimentaux réalisés aux sein de différents laboratoires nationaux et internationaux (ETRAG-Entreprise Tracteurs Agricoles de constantine) ; Lab-Génie Civil (université de Tebessa) ; Lab- Génie mécanique (Université de constantine) ; Lab-Sciences des matériaux (Université de Nantes-France) concernant l'étude que nous avons mené sur l'influence des traitements thermochimiques (nitruration en bain de sel) sur le comportement mécanique (micro-dureté , traction, résilience, tribologie) des aciers faiblement alliés (42CrMo4). Comme nous avons aussi fait une comparaison des résultats avant et après nitruration.

V.2. Structure métallographique

Les échantillons ayant subis une trempe à 850°C et un revenu à 600°C ont été préchauffés à 350°C ensuite immergés dans le bain liquide à une température de 580°C, à des temps de maintien allant d'une heure jusqu'à dix heures (10 h). Par la suite, ils ont été refroidis dans un bain d'huile et lavés dans une eau alcaline afin d'éliminer tous les résidus de sels. Avant l'étude de la modification de la structure métallographique de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel, il faut connaître l'état de la structure métallographique de l'acier après le processus de trempe et revenu.

V.2.1. Microstructure des couches après trempe et revenu

La microstructure de notre acier après trempe et revenu (fig.V.1) présente une structure homogène à grains uniformes de martensite, ces résultats ont été observés aussi par les auteurs [96,97].

V.2.2. Microstructure des couches nitrurées

Les micrographies obtenues par microscopie optique des couches superficielles des échantillons après nitruration en bain de sel à 580°C durant 2h montrent la présence d'une couche de combinaison (Fig.V.2). Cette couche de combinaison a été aussi observée par les auteurs [98,99].

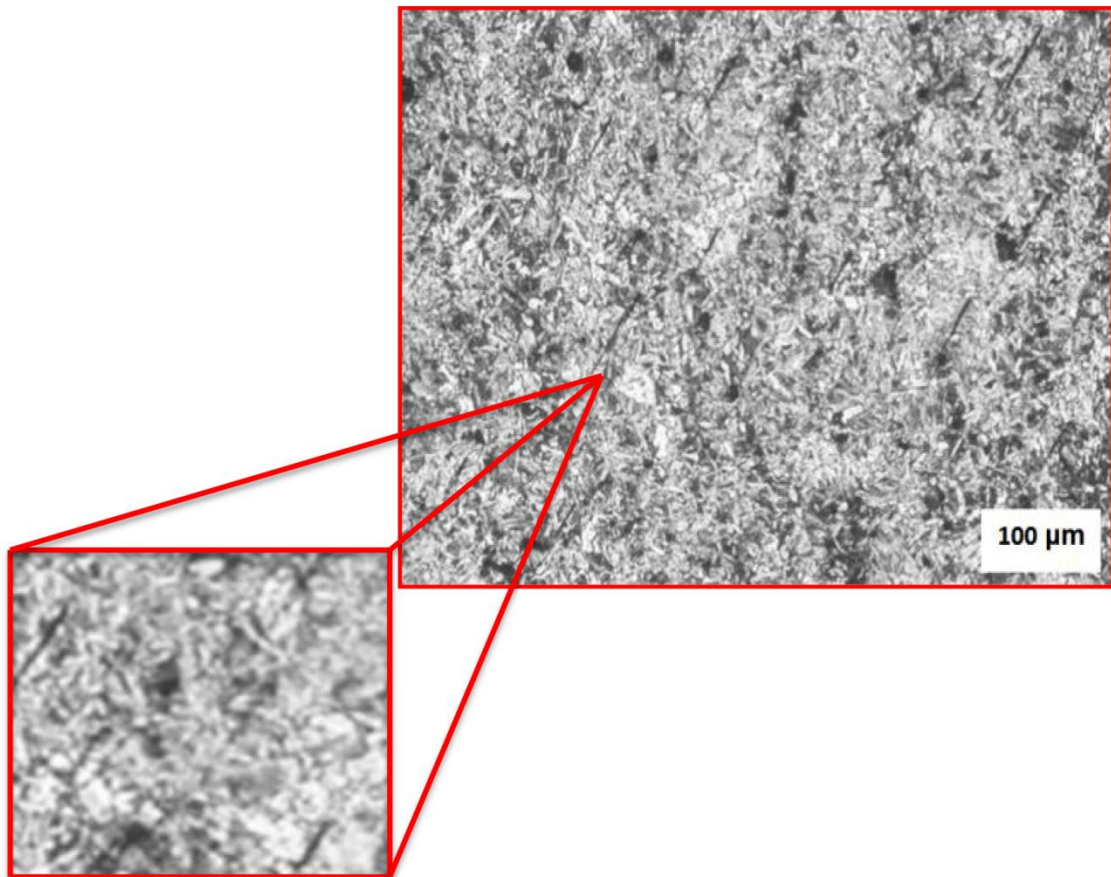


Figure V.1. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration et après trempe et revenu (Nital 3%)

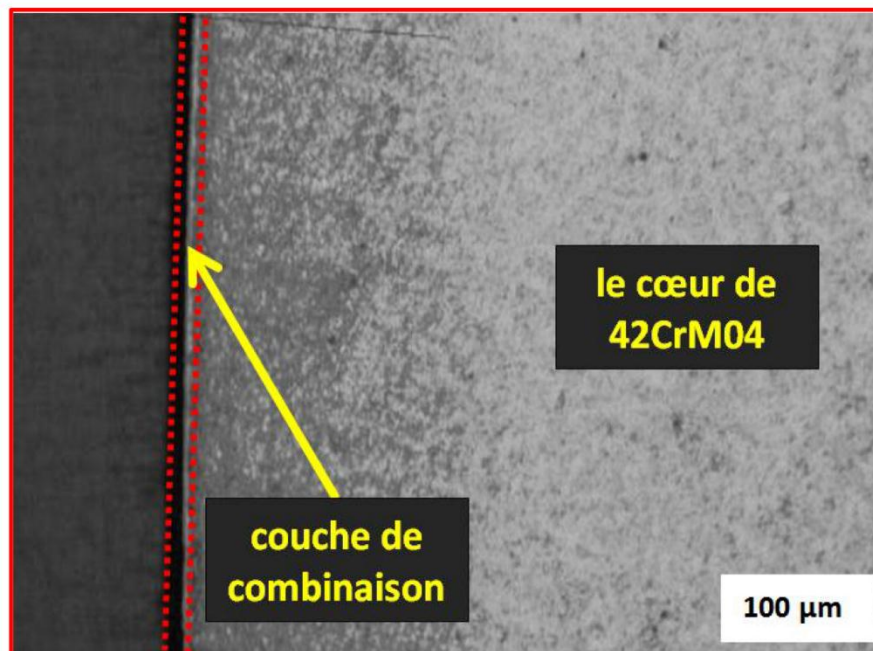


Figure V.2. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel à 580°C durant 2h

En effet, le bain de sel est composé de cyanure (KCN), alors après insufflation de l'oxygène il y a formation de cyanate de type (KCNO). Et la décomposition de ces cyanates donne naissance des atomes d'azote, de carbone et éventuellement de l'oxygène. Ces atomes libérés diffusent en surface de 42CrMo4 et forment alors des couches nitrocarbures formées de plusieurs phases. Les changements structuraux issus des modifications de surface de l'acier 42CrMo4 par la nitruration en bain de sel à 580°C après un temps de maintien de 6 h ont révélé par microscopie optique trois zones distinctes dans la coupe transversale comme il est représenté sur la figure V.3 :

- Zone blanche ou couche de combinaison qui porte également le nom de couche blanche à cause de son aspect métallographique après une attaque au nital [100,101]. D'après la littérature, cette zone correspond à l'appauvrissement en carbone qui diffuse suite à la transformation des carbures en nitrures [102].

Cette couche située en extrême surface caractérisée par la présence de porosités est constituée de nitrures $Fe_{2-3}N$ ou $Fe_{2-3}(N,C)$ et γ' - Fe_4N ou éventuellement $Fe_4(N,C)$ où l'azote se trouve combiné comme on s'y attendait. Notons aussi que ces nitrures et carbonitrures ont été également observés par les auteurs [103-114] dans le cas de la nitruration en bain de sel, nitruration ionique, nitruration gazeuse et par plasma. Quant à la présence de porosité qui est d'ailleurs partielle, elle est expliquée d'après [115,116] par les pressions partielles d'azote moléculaire qui conduisent à la formation de nitrures par l'attaque corrosive du fer par les agents présents dans le milieu nitrurant, phénomène reconnu dans les milieux liquides (bains de sels). D'autres hypothèses ont été avancées pour expliquer la présence des porosités. En effet, lorsque la teneur en azote est trop élevée dans la couche de combinaison, il y'a une déficience d'alimentation en fer et la cinétique de formation des molécules devient plus rapide que la croissance de concentration dans la solution solide d'où formation des pores.

- Zone qui constitue la deuxième couche est appelée couche de diffusion. Cette dernière se forme au premier moment du traitement de nitruration en bain de sel. Dans ce stade, l'azote diffuse en solution solide d'insertion et forme des précipités de nitrures ou nitrocarbures finement dispersés qui conduisent à un durcissement important avec l'apparition des contraintes de compression élevées [116,117]. Cette zone est composée principalement de la ferrite, des nitrures et des carbures Fe_3C .

- Enfin le substrat avec une structure de revenu.

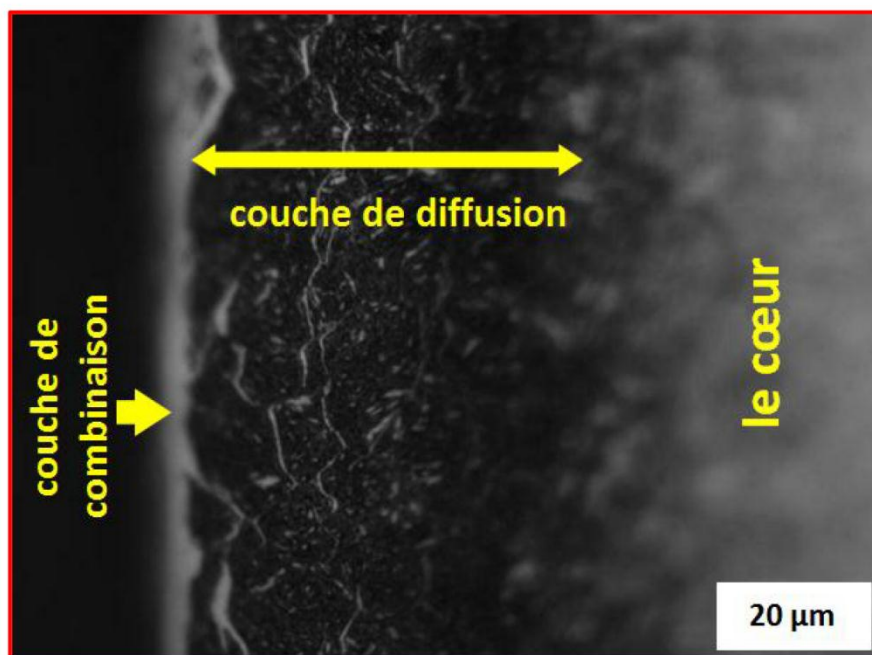


Figure V.3. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 nituré à 580°C pendant 6h

La couche de diffusion est composée de la martensite et de fins précipités qui pourraient être des nitrures fer.

V.2.3. Influence du temps sur la cinétique de croissance de couche combinaison

Sur des échantillons brut 42CrMo4, nous avons réalisé une nitruration en bain de sel (à 580°C) pour différents temps de diffusion (1h jusqu'à 10h).

D'après les résultats de la microscopie électronique à balayage (fig.V.4), nous pouvons constater l'absence de la couche de combinaison dans le cas de l'acier brut (avant nitruration). Par contre, après nitruration nous constatons la présence d'une couche de combinaison continue et uniforme. Les couches de combinaison les plus externes ont été légèrement gravées et étroitement liées aux couches de diffusion vers l'intérieur. Notons aussi, l'augmentation de l'épaisseur de cette couche après la nitruration. En effet, l'épaisseur de cette couche de combinaison varie en fonction du temps et passe de 3.43 µm (valeur obtenue pour un temps de 1h) à 4.88 µm (pour 2h) et 5.1 µm (pour 3h). Nous pouvons donc dire que ce temps de la nitruration (allant de 1 à 3h) est insuffisant car il n'a pas eu d'impact significatif sur l'augmentation de l'épaisseur de la couche de combinaison.

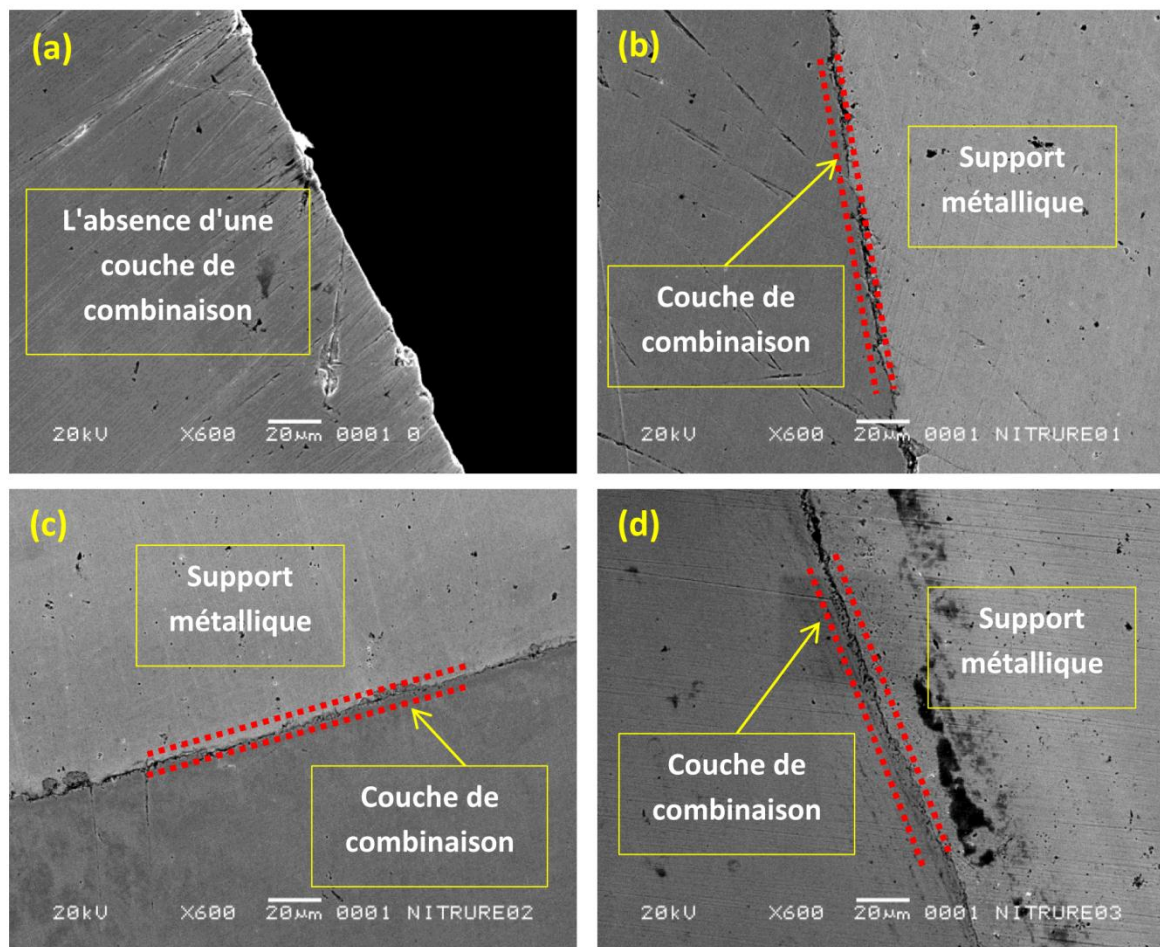


Figure V.4. Micrographie MEB montrant l'évolution de la couche blanche dans l'acier 42CrMo4 après et avant la nitruration en bain de sel :
 (a) brut ; (b) nitruré 1h ; (c) nitruré 2h ; (d) nitruré 3h

Nous avons alors continué à augmenter le temps de nitruration en le faisant varier de 4h jusqu'à 10h. Nous avons présenté sur la figure V.5 les variations de l'épaisseur de la couche blanche en fonction du temps. Sur cette figure l'influence du temps de nitruration sur l'épaisseur de la couche de combinaison est très nette. En effet l'épaisseur passe de 7.25 μm après 4 heures de traitement (Fig.V.5a) à 14.41 μm après 7 heures (Fig.V.5d) et elle atteint 22.5 μm après 10 heures de traitement de nitruration (Fig.V.5g).

Les résultats que nous avons obtenus sont en accord avec ceux de Karamiş et Staines [118] pour l'acier 722M24 sous la nitruration par plasma, et ceux de Sirin et al [119] pour l'acier AISI 4340 par nitruration ionique.

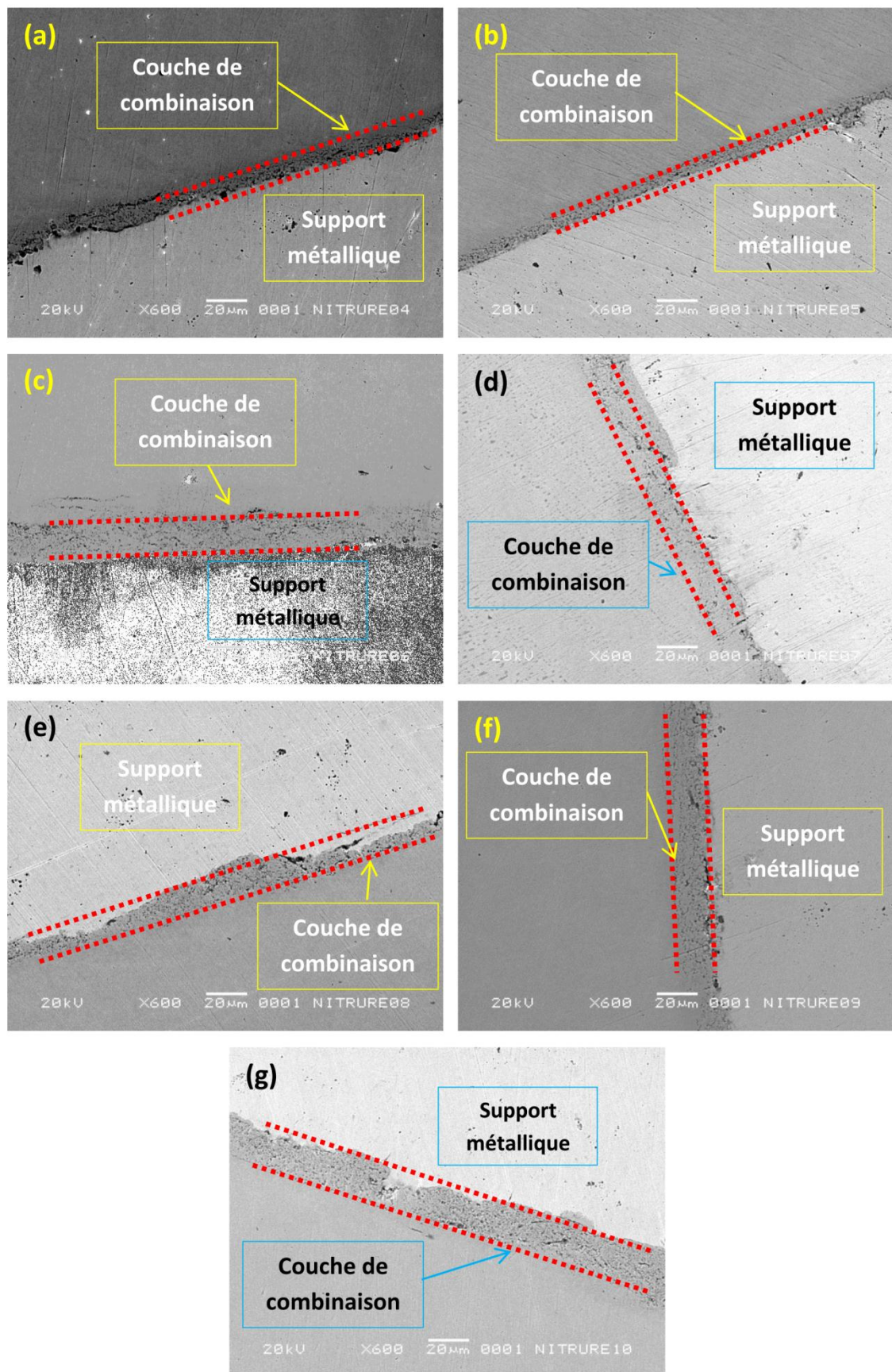


Figure V.5. Micrographies de l'évolution de la couche de combinaison en fonction du temps de nitruration de l'acier 42CrMo4 nitruré à 580 °C, (a) nitruré 4h ; (b) nitruré 5h ; (c) nitruré 6h ; (d) nitruré 7h ; (e) nitruré 8h ; (f) nitruré 9h ; (g) nitruré 10h

Par ailleurs, pour mettre en évidence l'influence du temps de nitruration sur la cinétique de croissance des différentes phases constituant la couche de combinaison de l'acier 42CrMo4 nitruré, nous avons présenté sur la figure V.6 les spectres de diffraction des rayons X obtenus (pour des échantillons nitrurés à 580°C pendant 2 h, 6 h et 10 h). Dans les conditions de diffraction rasante à très faible angle (angle d'incidence de 5°), nous observons des pics qui correspondent parfaitement aux plans de diffraction de la phase ε -Fe₂₋₃(N,C), la phase γ' -Fe₄(N,C) et la phase ferritique (α -Fe).

L'apparence de la phase ferritique sur ces diffractogrammes provient du fait que le volume irradié par les rayons X comprend aussi une partie de la couche de diffusion de nos échantillons nitrurés pour limiter la pénétration des rayons X à l'intérieur du cœur du matériau. En effet, après un temps de 2 h de traitement, des pics correspondant aux nitrures γ' -Fe₄(N,C) ont été détectés (fig. V.6), ces pics continuent d'exister (et restent visible) après 6 h de traitement (fig. V.7). La figure V.8 montre l'apparence des pics de la phase ε -Fe₂₋₃(N,C) après 10 heures de traitement. L'absence de la phase ε -Fe₂₋₃(N,C) sur les figures (V.6 et V.7) peut s'expliquer par la faible teneur en carbone de l'acier nitruré pour ces durées de traitement (2h et 6h).

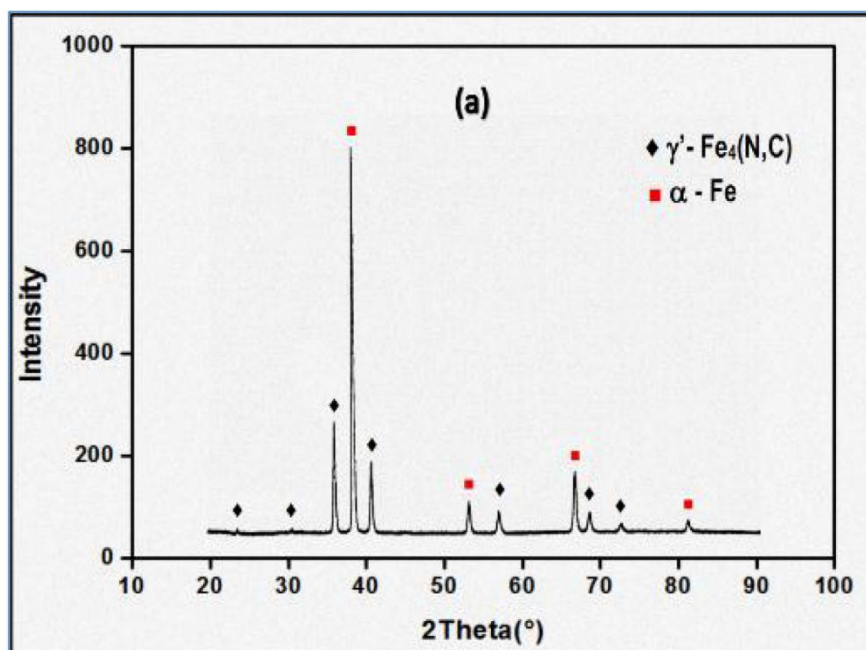


Figure V.6. Diffractogrammes DRX d'échantillons nitrurés à 580 °C pendant 2h

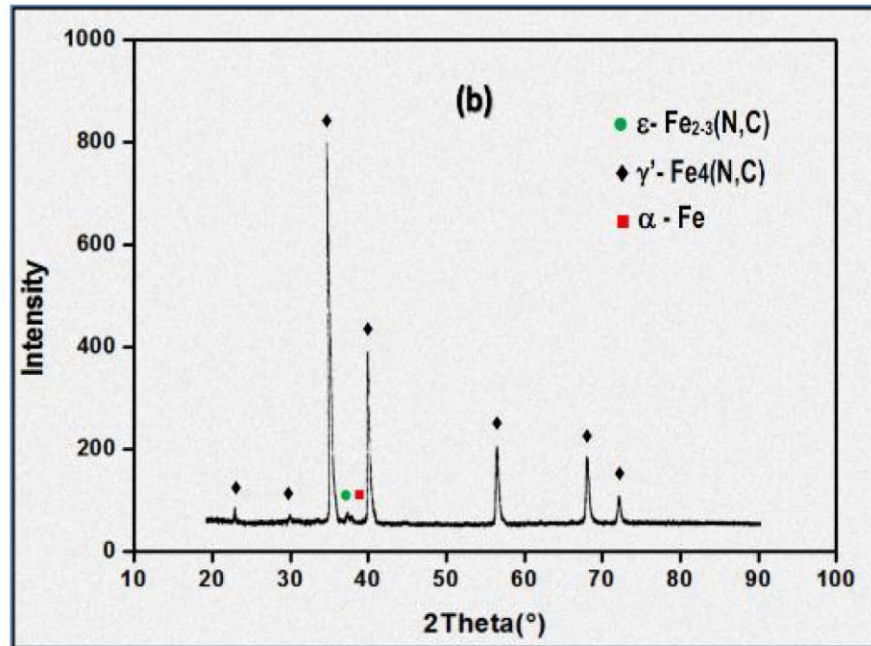


Figure V.7. Diffractogrammes DRX d'échantillons nitrurés à 580 °C pendant 6h

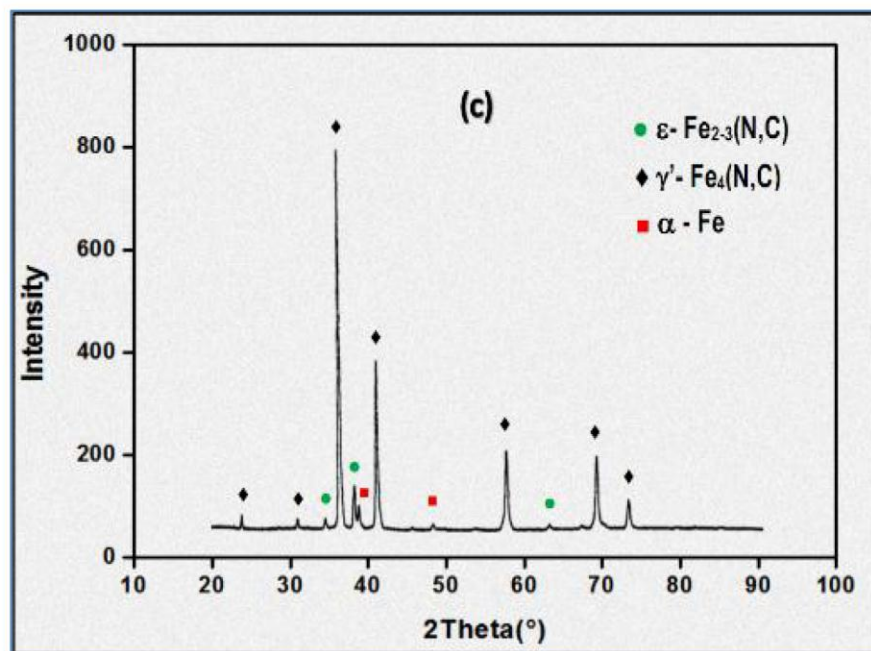


Figure V.8. Diffractogrammes DRX d'échantillons nitrurés à 580 °C pendant 10h

V.2.4. Influence de températures sur la cinétique de croissance de couche de combinaison

Il est important de noter que la température joue un rôle très important dans le processus de nitruration en bain de sel du fait que la diffusion de l'azote et du carbone est avant tout un

phénomène activé thermiquement. Par conséquent, nous nous sommes intéressés à étudier l'influence de ce paramètre sur la couche de combinaison.

La figure V.9 représente l'évolution de l'épaisseur de la couche blanche en fonction du temps et de la température ; d'après cette figure nous pouvons dire que l'épaisseur augmente en fonction de la température et ce pour différentes durées de nitruration en bain de sel.

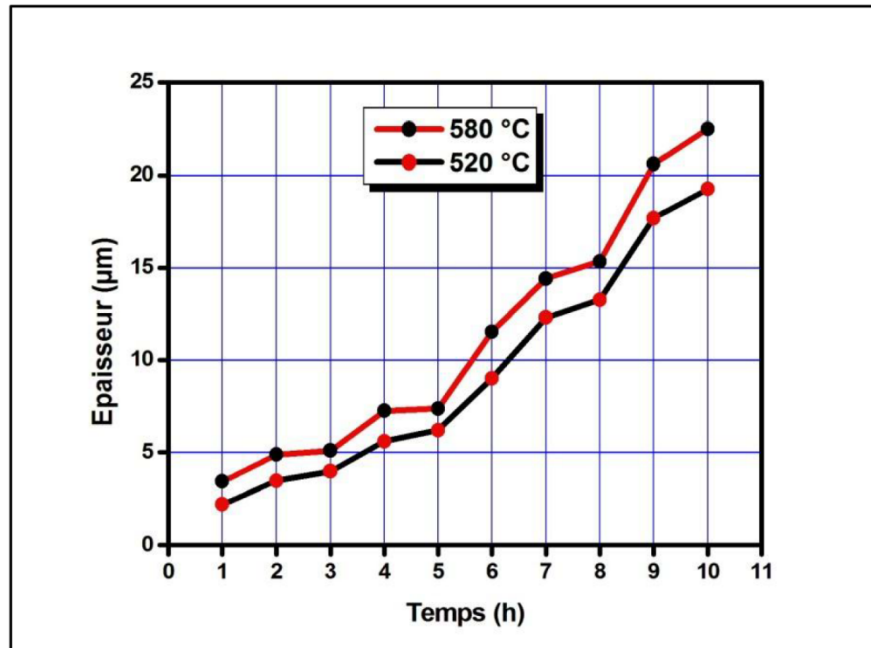


Figure V.9. Variation de l'épaisseur de la couche de combinaison en fonction du temps à différentes températures

l'augmentation du temps de la nitruration (1 à 10 h) a entraîné une augmentation de l'épaisseur de la couche de combinaison de 2,2 à 19,2 µm (cas de 520 °C), et de 3,4 µm à 22,5 µm (cas de 580 °C).

Sur la figure V.10 nous avons présenté l'évolution des courbes de l'épaisseur en fonction de la température et ce pour différents temps de nitruration (allant de 1 à 10h). Nous constatons que les échantillons nitrurés à 580°C présentent des épaisseurs de couches de combinaison dont l'écart est important (surtout pour 7 et 10h) si nous les comparons à ceux traités à 520°C. D'après certaines études menées par [118-121], l'épaisseur de la couche de combinaison augmente paraboliquement avec le temps et que la vitesse de croissance de cette couche est affectée par la température.

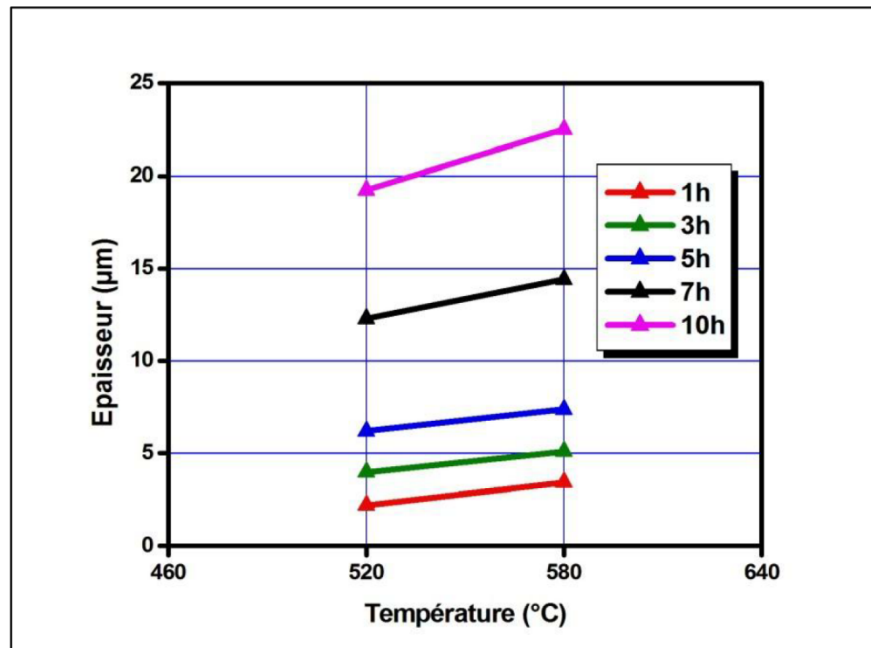


Figure V.10. Variation de l'épaisseur de la couche de combinaison en fonction de la température à différentes durées

V.2.5. Influence des paramètres de nituration (temps et température) sur la cinétique de croissance de la profondeur de la couche de diffusion

La figure V.11 illustre l'évolution des courbes de l'épaisseur de la couche de diffusion qui représente (les valeurs de profondeur) en fonction du temps de nituration en bain de sel.

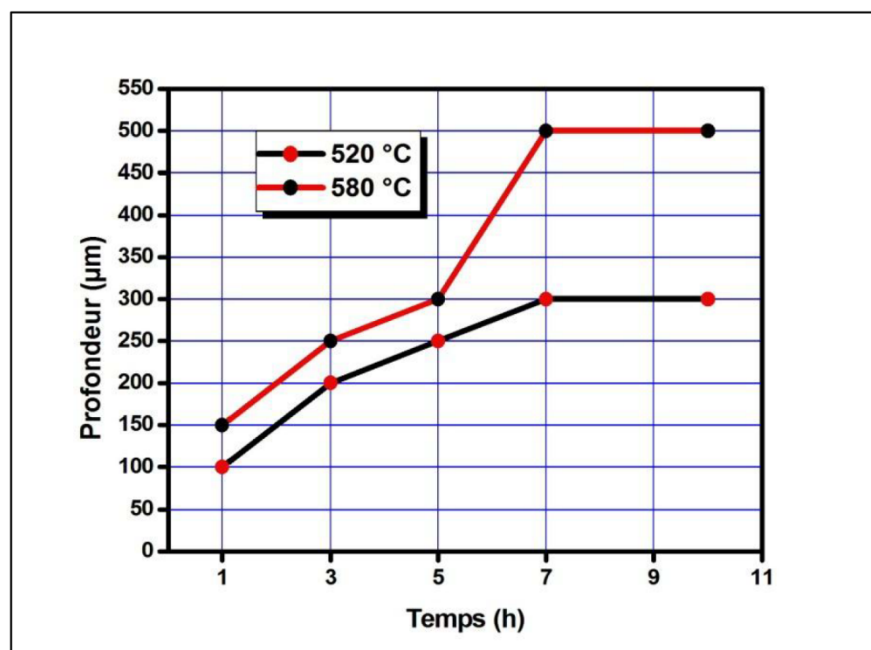


Figure V.11. Variation de l'épaisseur de la couche de diffusion en fonction du temps à différentes températures

Sur cette figure. V.11, nous constatons que l'écart de profondeur pour les deux températures (520 et 580°C) n'est important qu'à partir un temps supérieur à 5h. Il atteint son maximum (de 200µm) à partir de 7h. Et au-delà 7h cet écart de profondeur reste constant (200µm). Ceci est confirmé par la figure V.12. En effet, sur la figure V.12 représentant l'évolution des courbes de profondeur en fonction de la température (cas des temps allant de 1 à 10h) nous constatons que l'écart de profondeur pour les deux températures n'est important qu'à partir un temps supérieur à 5h. Et au-delà de 7h il reste constant et il est de l'ordre de 200 µm.

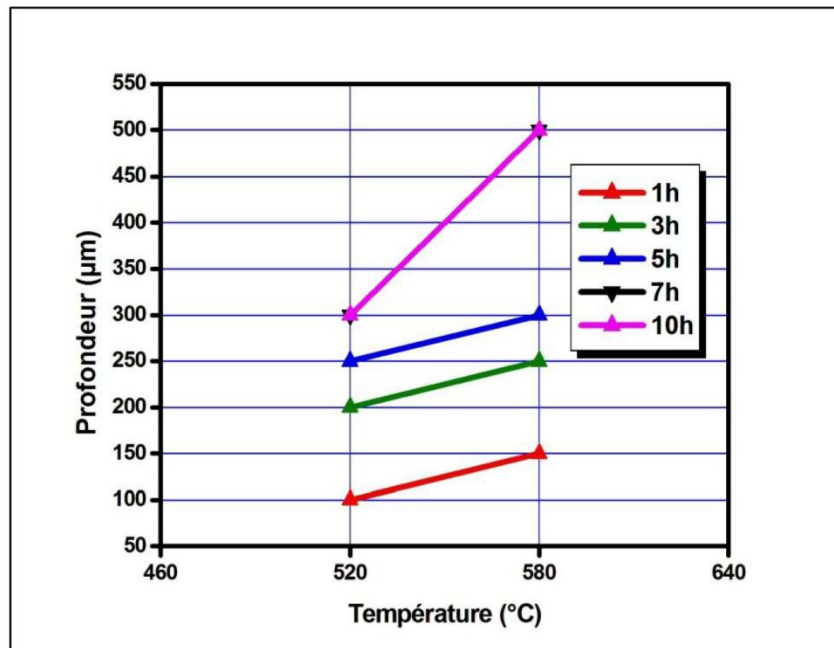


Figure V.12. Variation de l'épaisseur de la couche de diffusion en fonction du températures à différentes durées

Ce qu'il faut retenir de cette étude c'est que le temps et la température du traitement de nitruration ont une influence sur l'augmentation de profondeur de la couche de diffusion.

Ceci a été confirmé par les études de Sébastien [122], et il a constaté que l'enrichissement en azote et en carbone augmente avec la teneur en éléments d'addition, au détriment de la profondeur de diffusion.

V.3. Microdureté Vickers

La couche de diffusion située sous la couche de combinaison résulte de la diffusion (de l'azote et du carbone) vers le cœur du matériau. Aux températures de nitruration, la limite de solubilité en (N,C) est très vite atteinte dans la ferrite. Un grand nombre d'atomes (N,C) diffusants est alors disponible pour former des nitrures de dureté très supérieure à la ferrite. Les phénomènes qui accompagnent la diffusion des atomes et la précipitation des nitrures sont la création et la nucléation des dislocations ainsi que le blocage de celles-ci par les précipités. Le durcissement par nitruration dans la zone de diffusion doit donc être le résultat de la présence des nitrures et du réseau de dislocations. C'est ce que nous allons mettre en évidence dans la suite de ce chapitre.

Pour bien optimiser la nitruration de l'acier 42CrMo4 et confirmer les résultats de l'étude microstructurale, des profils de micro-dureté Vickers ont été réalisés sur des échantillons découpés parallèlement à la direction de diffusion de l'azote et du carbone.

V.3.1. Micro dureté Vickers avant nitruration de l'acier 42CrMo4

Nous avons réalisé des essais de micro-dureté Vickers sous charge réduite (correspondant au poids d'une masse de 1 g à 1 kg maximum) afin de déterminer l'évolution de cette dernière sur une profondeur faible.

V.3.1.1. Micro dureté Vickers à la surface

Sur le tableau V.1, nous avons regroupé les valeurs de microdureté Vickers obtenues avant nitruration et ce pour cinq échantillons différents (pour une moyenne de 343.66 points Hv).

Tableau V.1. Résultat micro-dureté Vickers à la surface avant nitruration

| N° éprouvette | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| HV | 335.6 | 348.5 | 338.3 | 349.6 | 346.3 |

Sur la figure V.13, nous avons représenté les empreintes superficielles d'indentation de l'acier 42CrMo4 avant nitruration.

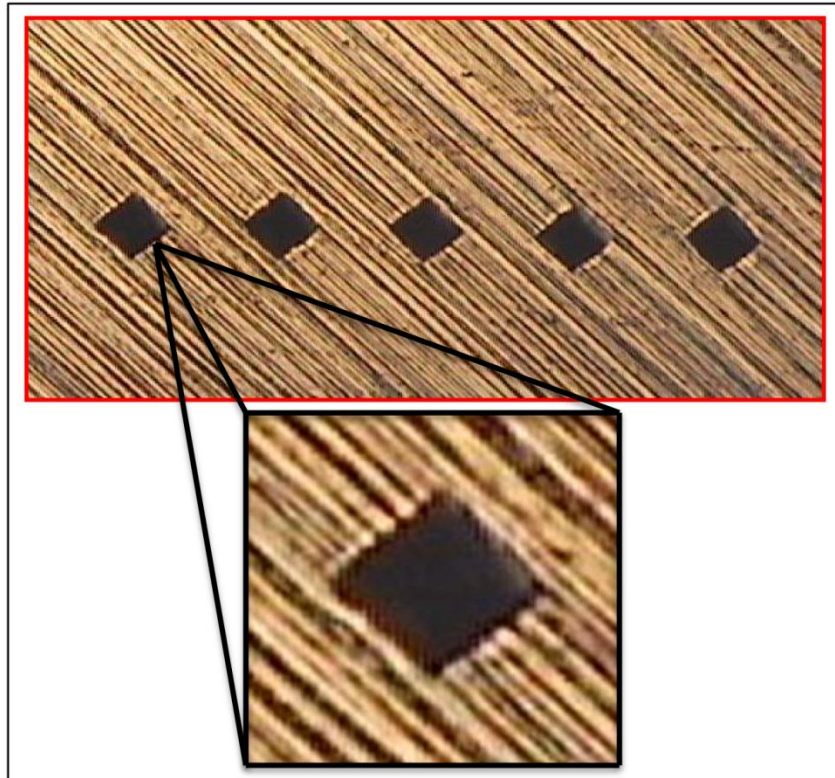


Figure V.13. Les empreintes superficielles d'indentation de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration

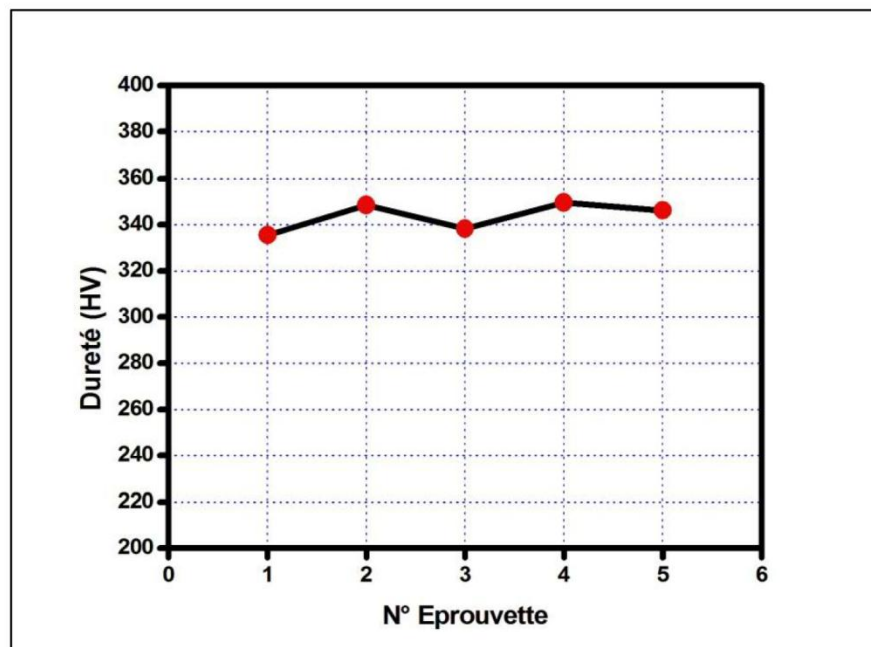


Figure V.14. Courbe de microdureté à la surface pour cinq éprouvettes avant la nitruration

D'après les résultats obtenus sur le tableau V.1 et la figure V.14 et ce avant le traitement de nitruration nous constatons que les valeurs de la microdureté sont proches et présente une moyenne de 343.66 points Vickers. Comme nous avons également remarqué sur la figure V.13 que les empreintes superficielles de ces échantillons sont similaires.

V.3.1.2. Profils de Microdureté des échantillons non nitrurés

Sur le tableau V.2, nous avons présenté les valeurs de la micro-dureté prises de la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 ; les empreintes d'indentation de la surface vers le cœur de l'acier avant nitruration sont illustrées sur la figure V.15.

Tableau V.2. Résultats de la micro-dureté Vickers (avant nitruration) prise de la surface vers le cœur

| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----|
| Profondeur (μm) | 30 | 60 | 100 | 150 | 200 | 250 | 300 | 400 | 500 |
| Dureté (HV) | 344.5 | 346.6 | 347.2 | 345.9 | 349.7 | 348.2 | 342.4 | 347.5 | 347 |

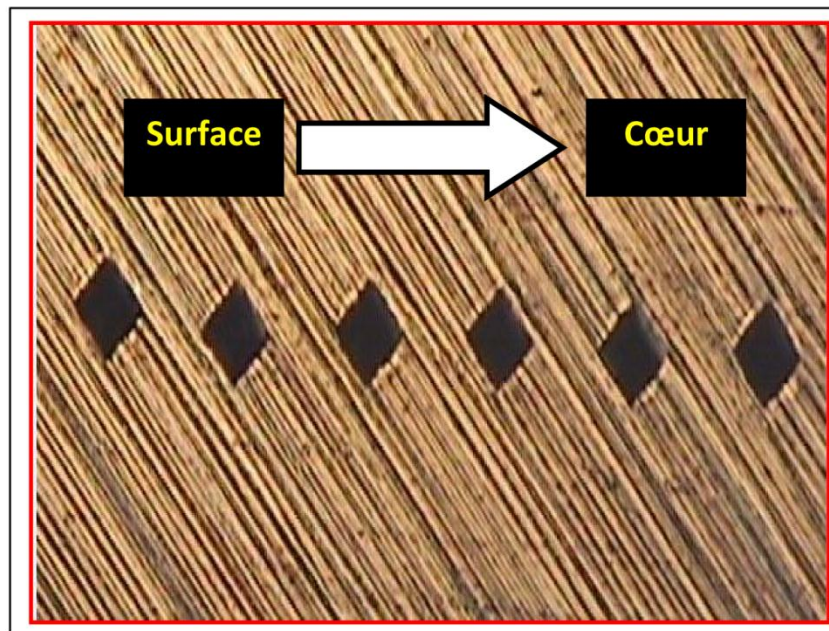


Figure V.15. les empreintes d'indentation de la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration

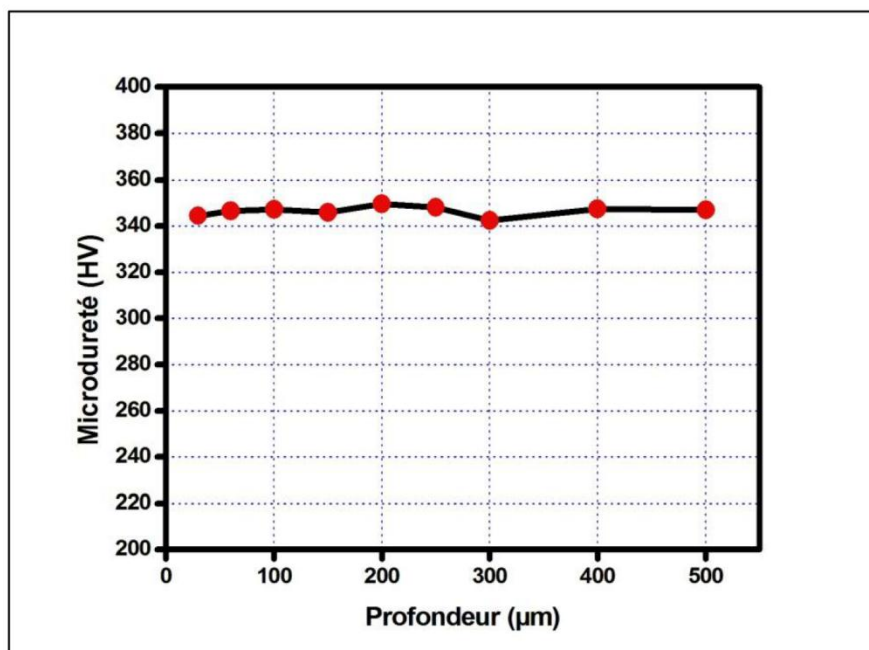


Figure V.16. Courbe de microdureté à la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration

D'après les résultats obtenus de microdureté Vickers prise (avant nitruration) de la surface vers le cœur, nous constatons que la courbe de micro-dureté est presque linéaire et que cette dernière vaut 344.5 HV (à la surface) et elle est de l'ordre de 347 HV (au cœur). Comme nous avons également remarqué sur la figure V.15 que la taille des empreintes superficielles des échantillons de 42CrMo4 de la surface vers le cœur est la même.

V.3.2. Microdureté Vickers après nitruration de l'acier 42CrMo4

V.3.2.1. Microdureté Vickers à la surface

Sur le tableau V.3 nous avons présenté les valeurs de microdureté Vickers (à la surface des aciers 42CrMo4) obtenues après nitruration. La valeur moyenne de la microdureté de cinq essais est de l'ordre de 513.1 points Hv. Comme nous avons représenté sur la figure V.17 les empreintes superficielles d'indentation de l'acier 42CrMo4 après nitruration à 580°C pendant 10h.

Tableau V.3. Résultat micro-dureté Vickers à la surface après nitruration

| N° éprouvette | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---------------|-------|-------|-------|-----|-------|
| HV | 502.2 | 509.4 | 512.7 | 522 | 519.4 |

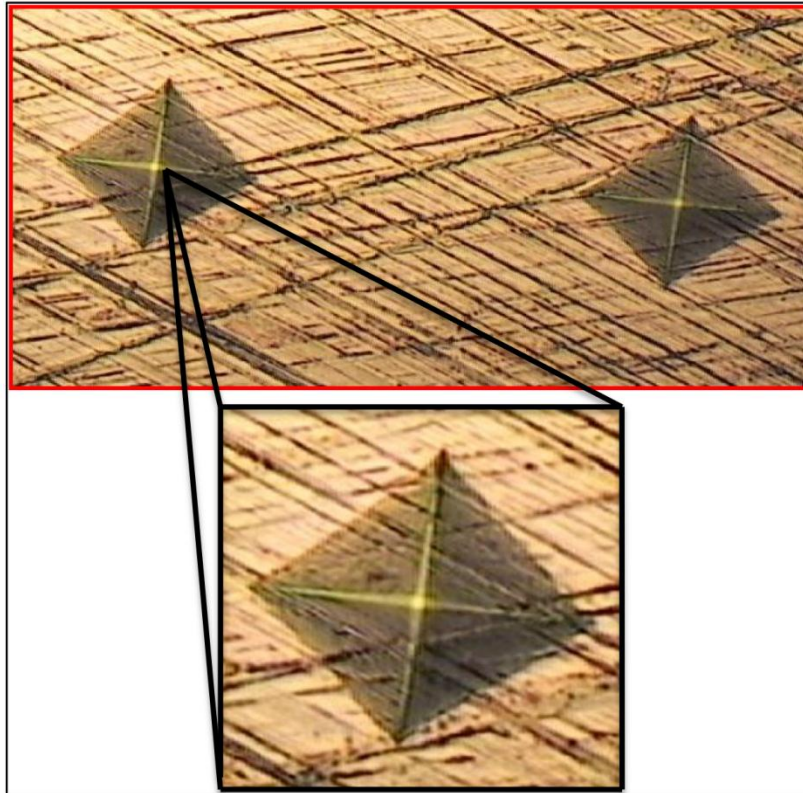


Figure V.17. les empreintes superficielles d'indentation de l'acier 42CrMo4 après la nitruration à 580°C durant 10 h

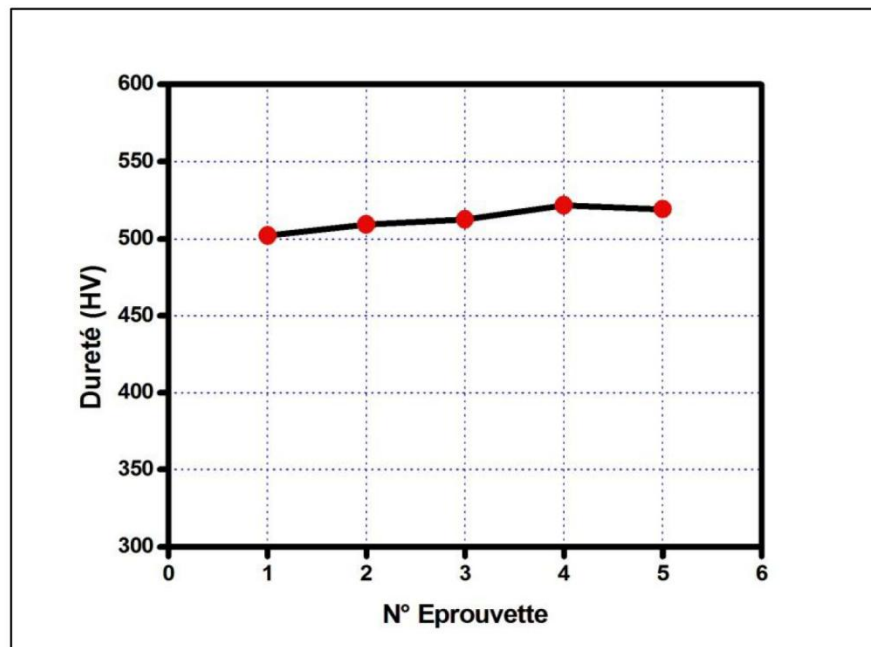


Figure V.18. Courbe de dureté à la surface pour cinq éprouvettes après la nitruration à 580°C durant 10h

D'après la figure V.18 et le tableau V.3 , nous constatons que le traitement de nitruration à 580°C pendant 10h a un effet bénéfique sur la microdureté (augmentation de cette dernière après nitruration). Notons aussi que les valeurs enregistrées sont des moyennes de 5 mesures.

V.3.2.2. Profils de Microdureté des échantillons nitrurés

Nous avons présenté sur le tableau V.4. les valeurs de la micro-dureté prises de la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 après nitruration (à 580°C pendant 10h).

Tableau V.4. Résultats de micro-dureté Vickers de la surface vers le cœur après nitruration

| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|-----------------|-------|-------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Profondeur (μm) | 30 | 60 | 100 | 150 | 200 | 250 | 300 | 400 | 500 |
| Dureté (HV) | 502.2 | 487.2 | 454 | 435.6 | 412.8 | 396.4 | 376.9 | 353.1 | 347.5 |



Figure V.19. les empreintes d'indentation de la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 après la nitruration

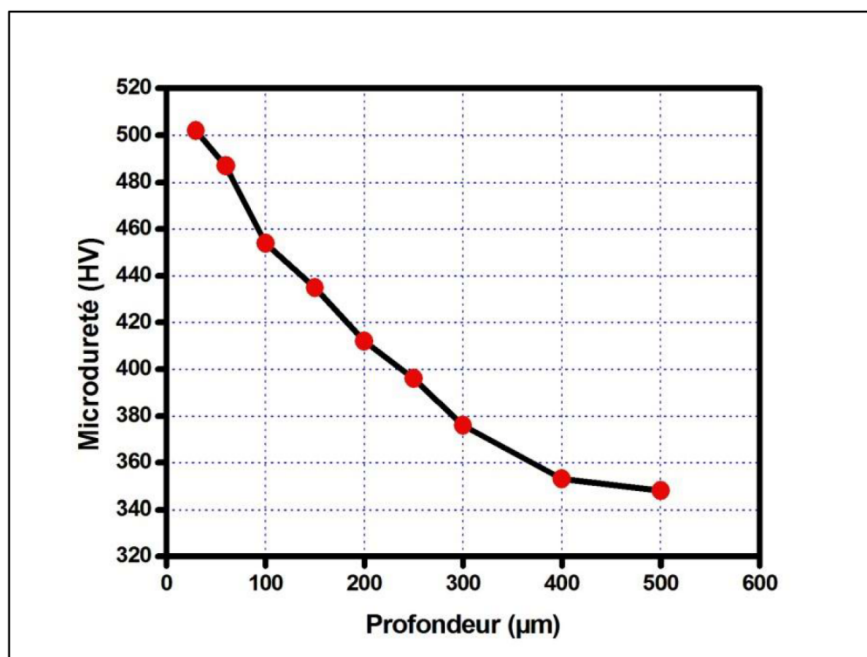


Figure V.20. Courbe de microdureté à la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 après la nitruration

A partir des résultats présentés sur le tableau V.4 (après nitruration à 580°C durant 10 heures) nous avons tracé la courbe de la microdureté en fonction de la profondeur (fig.V.20). Nous constatons que la micro-dureté après nitruration diminue en allant de la surface vers le cœur de notre acier (c'est-à-dire de 513 à la surface vers 347 points Vickers à une profondeur de 500 µm). Ces résultats sont en bon accord avec les travaux réalisés par Krishnara et al [123].

V.3.3. Influence des paramètres de nitruration (température et temps) sur la Microdureté Vickers à la surface

La figure V.21 montre l'effet de la température et du temps de nitruration sur la micro-dureté superficielle. Nous pouvons remarquer sur cette figure qu'à partir d'un temps de maintien de nitruration supérieur à 7h les valeurs de micro-dureté obtenues à 520°C sont supérieures à celles obtenues à 580°C. D'après certaines études il s'avère que la micro-dureté de la surface réduite est obtenue à un temps de nitruration plus long à haute température en raison de la formation de grands précipités de nitrure [118].

Les précipités d'une certaine taille seront les plus efficaces pour obstruer le mouvement des dislocations et pour produire le renforcement et le durcissement maximum. À des moments plus longs, les particules de précipités sont de plus grande taille et plus sujettes à grossissement, conduisant à une coalescence de ces précipités et donc à une dureté inférieure.

L'étude réalisée par Alsaran et al [124], basée sur l'effet de nitruration ionique sur la caractérisation structurale des aciers, a bien montré que la température de nitruration ionique sur l'acier AISI 5140 améliore la dureté de surface.

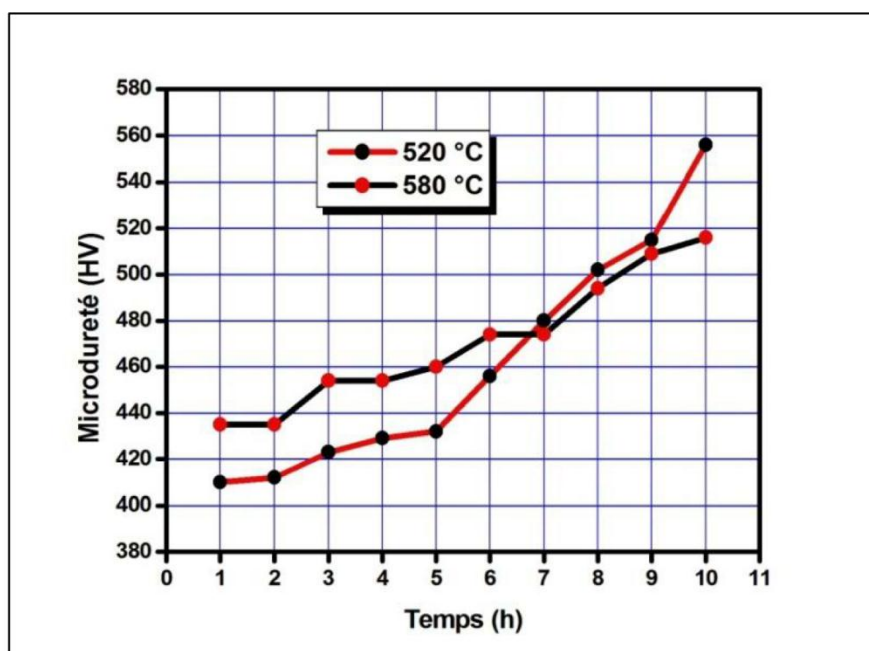


Figure V.21. Variation de la dureté de la surface de 42CrMo4 sous la nitruration en fonction du temps à différentes températures

V.3.4. Influence des paramètres de nitruration (température et temps) sur la Microdureté Vickers de la surface vers la profondeur

Les figures (V.22 et V.23) représentent les résultats des mesures de micro-dureté en fonction de la profondeur réalisées sur des échantillons de la nuance 42CrMo4 après différents traitements de nitruration en fonction du temps et ce pour les deux températures 520 et 580°C. D'après ces deux figures nous pouvons dire que la micro-dureté diminue de la surface vers le cœur de l'acier, puisque la concentration des nitrures métalliques diminue tout en allant vers le cœur. Il n'y a pas de transition nette entre les valeurs de micro-dureté de la couche combinaison à la zone de diffusion, et cela peut être attribué aux niveaux de micro-dureté élevés atteints dans la zone de diffusion après traitement de nitruration pour une durée assez longue [125].

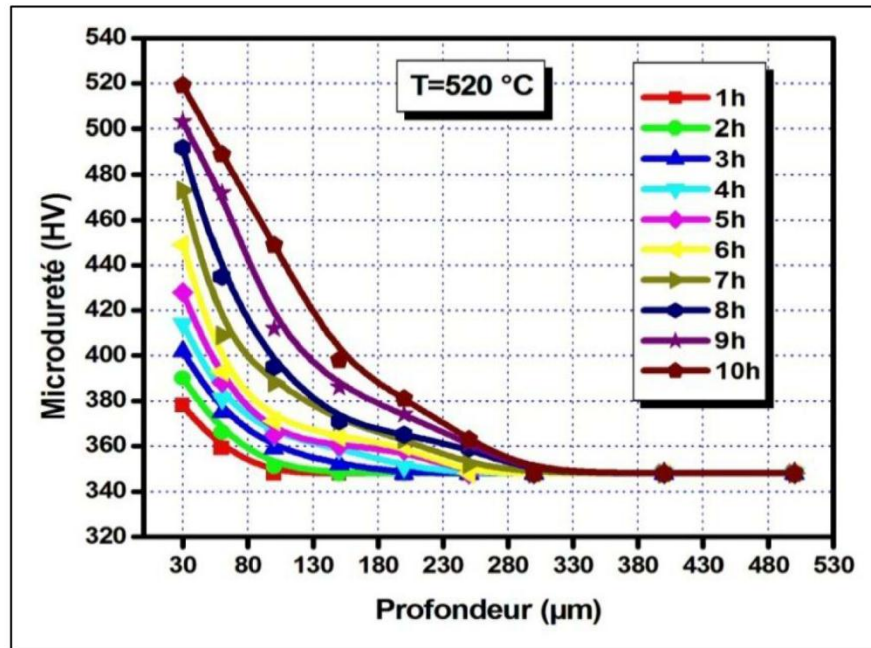


Figure V.22. Profils de microdureté des pièces nitrurées pendant 1 h jusqu'à 10h à 520 °C

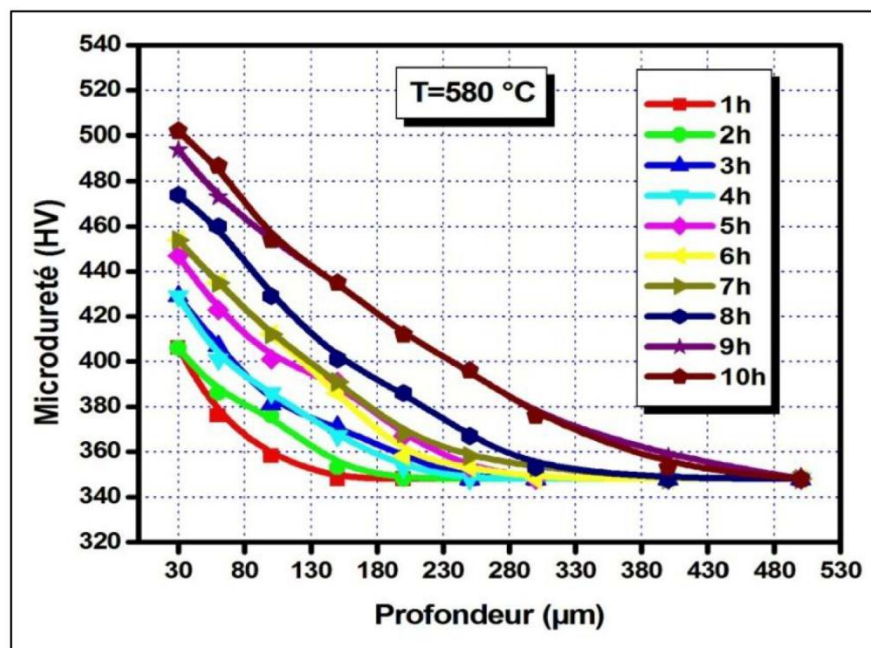


Figure V.23. Profils de microdureté des pièces nitrurées pendant 1 h jusqu'à 10h à 580 °C

La micro-dureté de la surface de l'acier 42CrMo4 est augmentée jusqu'à 60% par la nitruration en bain de sel. La micro-dureté de la surface des échantillons après la nitruration est comprise entre 378-519 HV_{0.3} (cas de 520°C) et 406-502 HV_{0.3} (cas de 580°C), tandis que celle du noyau reste inchangée 348 HV_{0.3} [126].

les deux courbes de dureté présentent trois zones distinctes : une zone de couche combinaison de dureté élevée au voisinage de la surface, une zone de diffusion dont la dureté diminue progressivement puis une zone du cœur du matériau dont la décroissance de dureté est plus rapide.

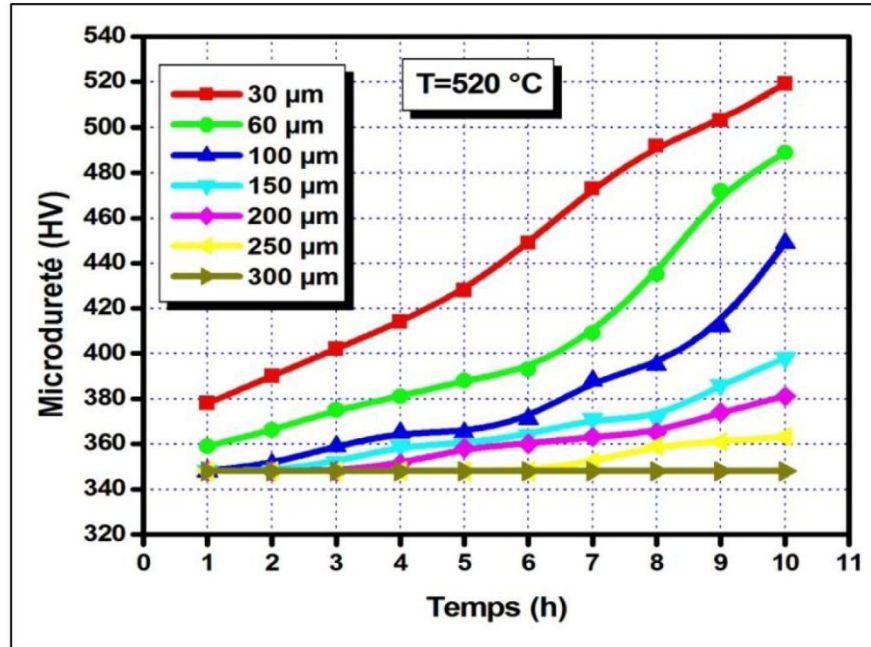


Figure V.24. Profils de microdureté des pièces nitrurées en fonction de temps à 520°C

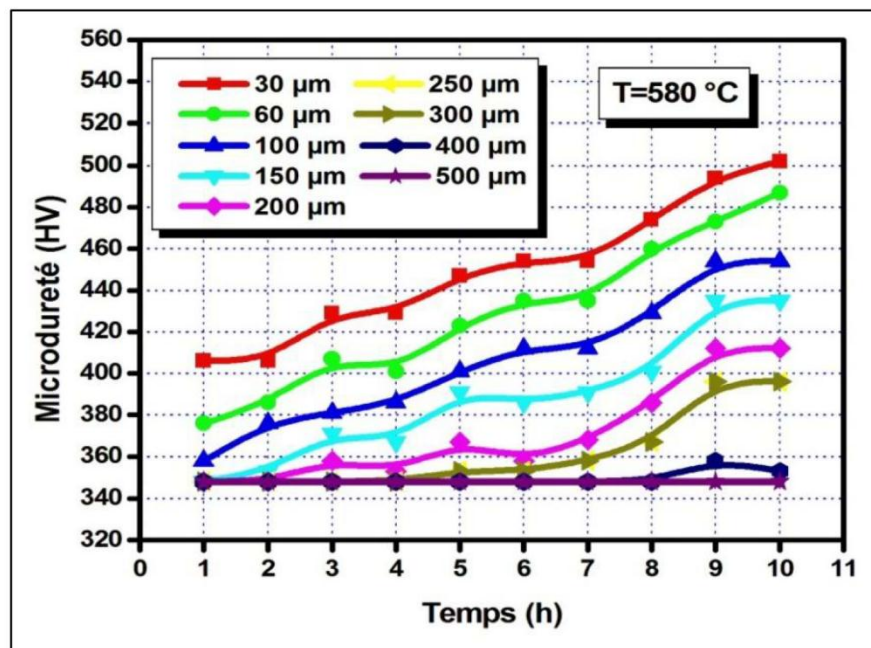


Figure V.25. Profils de microdureté des pièces nitrurées en fonction de temps à 580°C

Sur les figures (V.24 et V.25) qui illustrent les profils de micro dureté des pièces nitrurées en fonction du temps (dans la couche de diffusion de 42CrMo4) nous pouvons dire que la micro-dureté est améliorée tout en augmentant le temps de nitruration à différentes températures. Notons aussi une augmentation significative des valeurs de micro-dureté à de petites profondeurs. Par contre celle des échantillons nitrurés en bain de sel est dans la gamme de 359-489 HV0.3 (cas de 520°C) et 376-487 HV0.3 (cas de 580°C) et ce pour une profondeur de 60µm . Cette gamme diminue graduellement à différentes profondeurs de la surface de l'échantillon jusqu'au noyau. Nous pouvons dire que la micro-dureté augmente du noyau vers la surface avec le temps de nitruration.

V.4. Résultats des essais de traction

A partir de l'essai de traction nous pouvons déterminer plusieurs caractéristiques mécaniques, pour ce fait, nous avons réalisé des essais de traction sur des échantillons de 42CrMo4 avant et après nitruration

V.4.1. Courbes de traction

Les courbes de traction obtenues représentent l'évolution de la charge unitaire exprimée en MPa (rapport de la force sur la section initiale de l'éprouvette) en fonction de l'allongement A ((L-L₀)/L₀). Les figures (V.26 - V.29) représentent les courbes de traction du matériau étudié (avant et après nitruration) pour quatre éprouvettes.

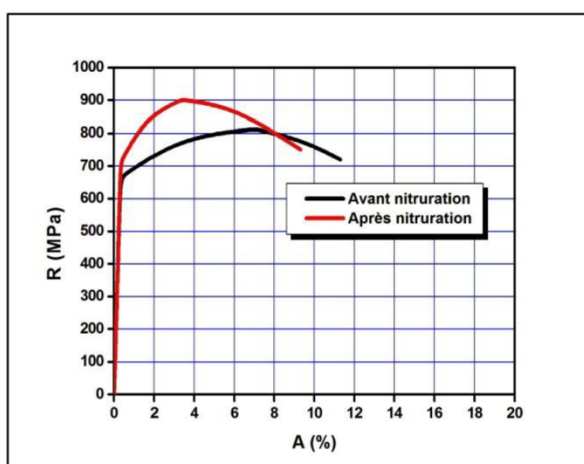


Figure V.26. Courbes conventionnelles de traction de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration (Eprouvette N°1)

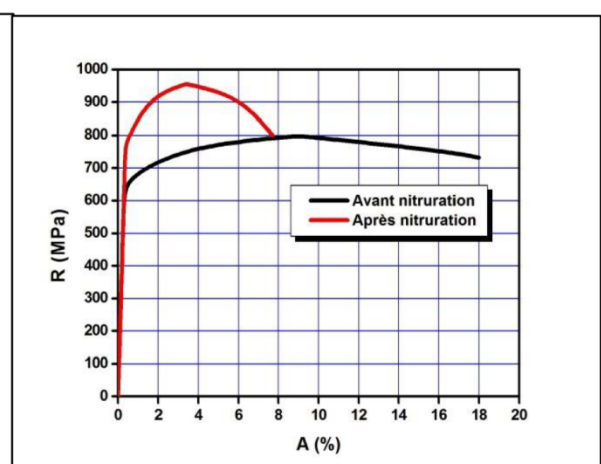


Figure V.27. Courbes conventionnelles de traction de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration (Eprouvette N°2)

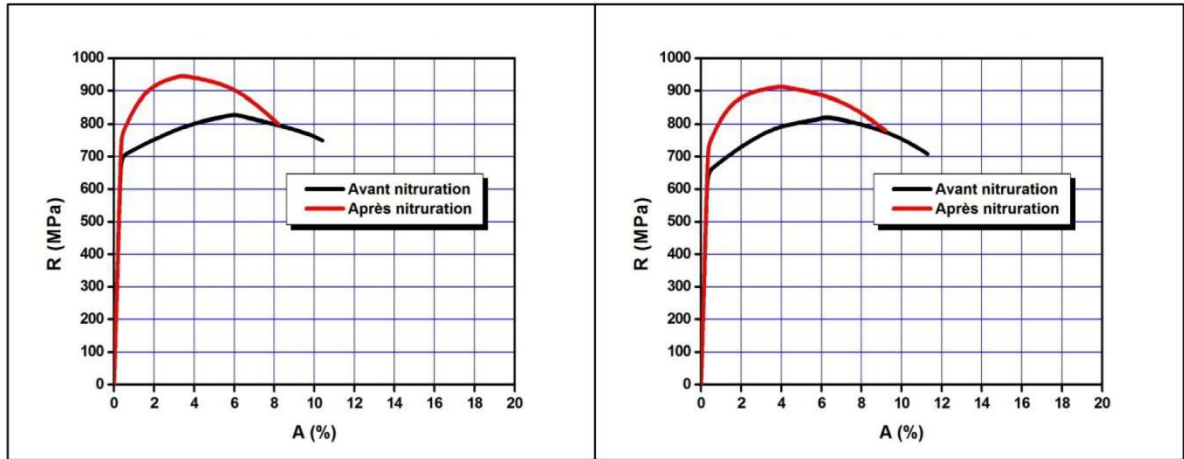


Figure V.28. Courbes conventionnelles de traction de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration (Eprouvette N°3)

Figure V.29. Courbes conventionnelles de traction de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration (Eprouvette N°4)

Sur le tableau V.5 nous avons regroupé les résultats obtenus par le biais des courbes de traction des figures précédentes (avant et après nitruration) des caractéristiques mécaniques (E, Re, Rm, et A).

Tableau V.5. Propriétés mécaniques de l'acier brut et nitruré

| Type d'éprouvette | N° Eprouvettes | Re (N/mm ²) | Rm (N/mm ²) | A (%) |
|-------------------|----------------|-------------------------|-------------------------|-------|
| Avant nitruration | 1 | 665.1 | 812 | 11.5 |
| | 2 | 606.6 | 798 | 17.5 |
| | 3 | 699.6 | 828 | 9.85 |
| | 4 | 652.5 | 810 | 10.9 |
| Après nitruration | 1 | 712.2 | 901 | 9.01 |
| | 2 | 770.4 | 955.4 | 7.5 |
| | 3 | 763.1 | 945.8 | 8.0 |
| | 4 | 730.9 | 912.7 | 8.9 |

La croissance des propriétés mécaniques telles que les résistances (R_m et R_e) après nitruration (voir Tableau V.5) est remarquable. En revanche, l'autre propriété de ductilité représentée par l'allongement(A) décroît. Notons aussi que les traitements de durcissement superficiel ne sont pas utilisés pour améliorer les propriétés de résistance à la traction, mais il est ainsi parfois souhaitable de connaître le comportement en traction des échantillons nitrurés avant leur mise en service.

Le matériau de base, destiné à la nitruration possède généralement une limite élastique relativement faible et son comportement à la rupture est de type ductile. Si le matériau est entièrement nitruré, la rupture est de type fragile et sa limite élastique est très élevée. Un matériau nitruré peut être considéré comme un multi-matériau résultant de l'association d'une couche superficielle fragile reposant sur un cœur ductile.

Dans le cas général, l'épaisseur nitrurée est faible comparée aux dimensions des pièces. Dans ces conditions, le traitement influe peu sur la contrainte de rupture et sur la limite élastique, par contre la ductilité peut être fortement réduite.

V.5. Résultats des essais de résilience

Nous nous sommes également intéressés aux essais de résilience réalisés sur des échantillons à entaille U et V (avant et après traitement de nitruration) dont les résultats sont regroupés sur les tableaux V.6 et V.7. Et à partir de ces tableaux nous avons pu tracer les courbes de résilience représentées sur les figures (V.30 et V.31).

Tableau V.6. Résultats des essais de résilience (KU) à entaille (U)
avant et après nitruration

| Éprouvette | | Avant nitruration | Après nitruration |
|------------|---|-------------------|-------------------|
| Entaille | N | KU (J) | KU (J) |
| U | 1 | 215 | 230 |
| | 2 | 200 | 249 |
| | 3 | 218 | 236 |
| | 4 | 213 | 228 |

Tableau V.7. Résultats des essais de résilience (KV) à entaille (V)
avant et après nitruration

| Eprouvette | | Avant nitruration | Après nitruration |
|------------|---|-------------------|-------------------|
| Entaille | N | KV(J) | KV (J) |
| V | 1 | 195 | 210 |
| | 2 | 200 | 225 |
| | 3 | 190 | 208 |
| | 4 | 192 | 212 |

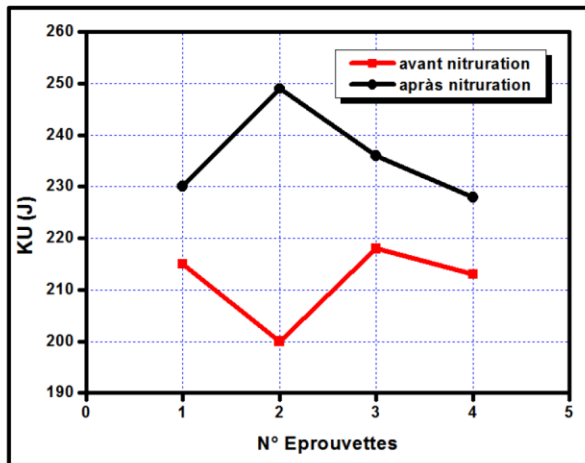


Figure V.30. Résultats des essais de résilience à entaille (U)

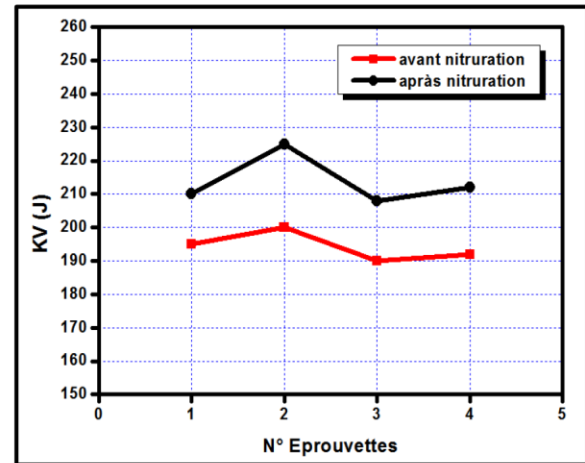


Figure V.31. Résultats des essais de résilience à entaille (V)

Nous avons pu mesurer l'énergie nécessaire pour provoquer la rupture des éprouvettes normalisées et enfin tracer ces courbes de résilience. Nous constatons d'abord que cette énergie de rupture est plus importante pour les éprouvettes nitrurées avec un écart de l'ordre de 20 Joules. Et d'autre part, cette énergie de rupture est plus importante dans le cas de l'entaille U avec un écart de l'ordre de 21 Joules (après nitruration).

Cette augmentation d'énergie après nitruration est due à la fragilité supplémentaire provoquée par un durcissement superficiel, il s'établit dans la zone superficielle un champ de contraintes résiduelles de compression dont l'effet bénéfique sur la résistance à la fatigue est remarquable. La micro-dureté et la contrainte résiduelle sont étroitement liées aux conditions de traitement, à la composition chimique et à la microstructure initiale des pièces.

V.6. Tribologie

L'étude du comportement tribologique de notre nuance d'acier étudié a été réalisée au laboratoire de génie mécanique de l'université de Annaba où nous avons utilisé un tribomètre pion-disque..

V.6.1. Essais de frottement

Le Tableau V.8 représente les résultats obtenus à partir des essais de frottement pour des échantillons non nitrurés et nitrurés. A l'aide de ces résultats, nous avons tracé les courbes du coefficient de frottement en fonction du temps (voir figure V.32).

D'après ces résultats, nous constatons que le coefficient de frottement des échantillons nitrurés (en bain de sel à 580°C pendant 10 h) sont inférieurs à ceux des échantillons non nitrurés.

Tableau V.8. les valeurs du coefficient de frottement avant et après nitruration

| Temps (s) | Coefficient de frottement μ | |
|-----------|---------------------------------|-------------------|
| | Avant Nitruration | Après Nitruration |
| 0.03 | 0.06782 | 0.01051 |
| 105 | 0.3385 | 0.25769 |
| 210 | 0.36338 | 0.14824 |
| 315 | 0.7916 | 0.52553 |
| 420 | 0.45377 | 0.38156 |
| 526 | 0.42567 | 0.31370 |

Par ailleurs, nous remarquons, que la présence de couche de nitrure (couche combinaison et surtout la couche de diffusion) conduit à une réduction du coefficient de frottement par rapport au cas de l'acier non nitruré, en raison de la diminution du frottement interfacial. Cela permet de comprendre la bonne tenue au frottement de cet acier lorsqu'il est nitruré.

Les fluctuations sont dues aux particules suite au labourage de la couche par la bille du pion, elles constituent un troisième corps, ces particules restent piégées dans la région de contact entre les deux corps antagonistes, ce qui donne des valeurs du coefficient de frottement oscillant autour d'une moyenne.

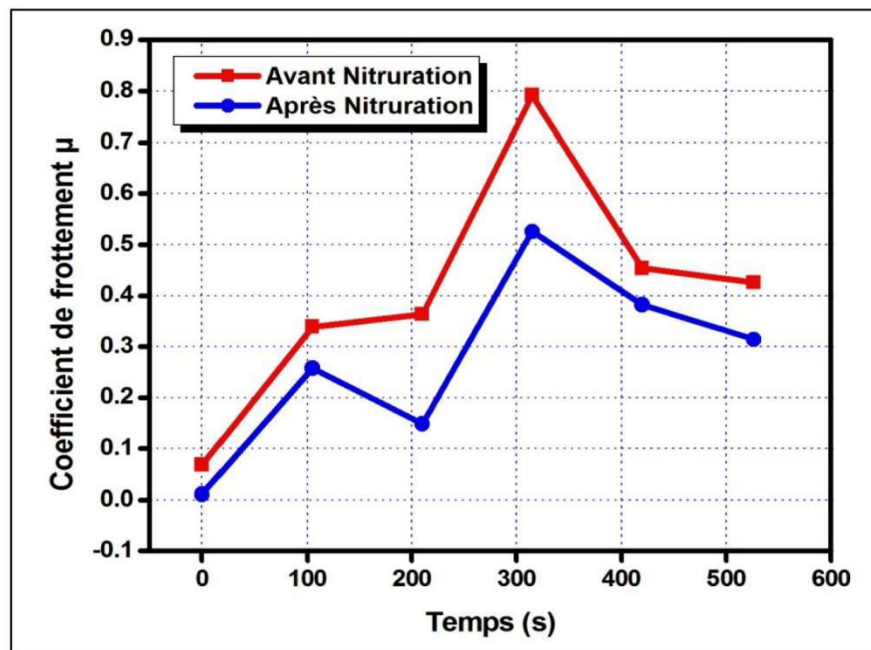


Figure V.32. Coefficient de frottement en fonction du temps pour l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration

V.6.2. Essais d'usure

La résistance à l'usure d'après M. Zlatanovic [127] dépend essentiellement, de la micro-dureté de la couche de diffusion et que la nature de la couche de combinaison intervient peu en raison de sa faible épaisseur [127,128]. La présence des nitrures ϵ -Fe₂₋₃(N,C) apporte une micro-dureté supérieure à celle des nitrures γ' -Fe₄(N,C) avec un très bon coefficient de frottement. Leur structure hexagonale compacte implique de nombreux plans de glissement donc une bonne ductilité. Pour mettre en évidence la tenue à l'usure des couches nitrurées en bain de sels de l'acier 42CrMo4, nous nous sommes penchés sur des tests d'usure par abrasion. Pour cela, nous avons considéré lors des différents essais, la relation perte de masse absolue en fonction de la distance de glissement parcourue et en fonction du temps. Nous avons alors soumis des échantillons (traités et non traités) à ces tests d'usure pour pouvoir estimer le degré d'amélioration en usure suite au traitement de nitruration en bain de sels. La figure V.33, représente l'évolution des courbes d'usure (perte de masse) en fonction de la distance de glissement parcourue pour des échantillons nitrurés et non nitrurés. Nous

constatons que les échantillons non nitrurés présentent une perte en masse très importante. En revanche, les échantillons traités à 580°C pendant 10h présentent une perte en masse très faible. L'écart de la perte en masse (avant et après nitruration) est très important et il est de l'ordre de $1.2 \cdot 10^{-3}$ g.

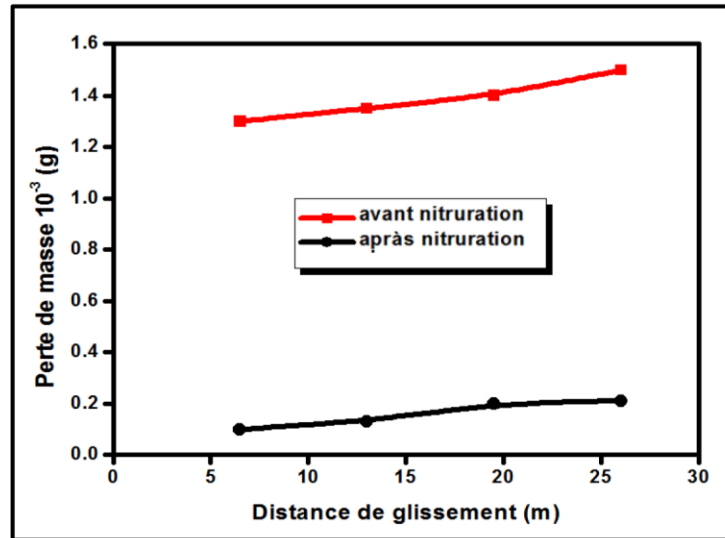


Figure V.33. Perte en masse en fonction parcours avant et après nitruration

Comme nous avons représenté sur la figure V.34, l'évolution des courbes d'usure (perte en masse) en fonction du temps et ce pour des échantillons traités et non traités. D'après cette figure, nous pouvons dire que l'évolution de ces courbes est linéaire et similaire à celle des courbes précédentes. L'écart est presque le même que celui du cas précédent ($1.2 \cdot 10^{-3}$ g).

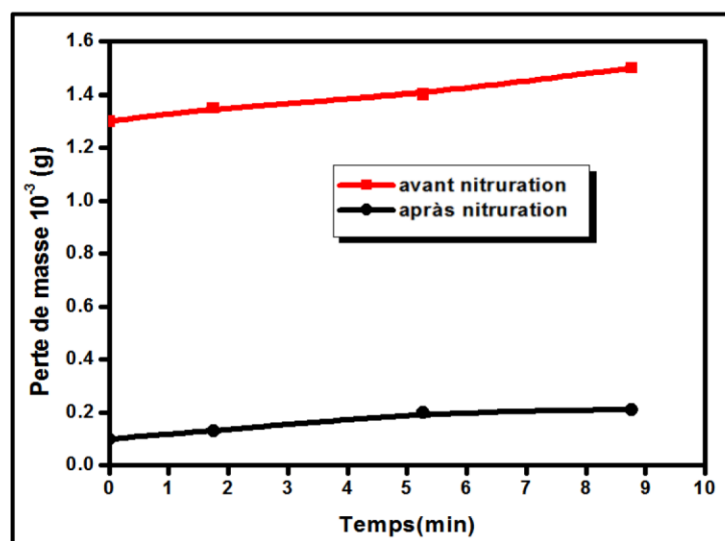


Figure V.34. Perte en masse en fonction du temps avant et après nitruration

Sachant que la vitesse de rotation du disque est de 60 trs /min et le rayon du cercle usé est de 3 mm, nous pouvons déterminer le taux d'usure en utilisant l'équation d'Archard [129]:

$$K_u = \frac{V_U}{F_N \cdot D_g} \quad (\text{V.1})$$

Avec K_u : le taux s'usure ($\text{m}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$), V_U : le volume d'usure (m^3), F_N : la force normale (N), D_g : La distance de glissement (m)

L'équation d'Archard implique que si K_u est constant pour un système de glissement donné alors le volume de matériaux perdu sera proportionnel à la distance de glissement. Cette équation est pertinente pour des contacts plastiques elle ne peut s'appliquer aux cas où les contacts sont élastiques.

Les valeurs du taux d'usure K_u calculé en utilisant la formule précédente sont présentées sur le tableau V.9.

Tableau V.9. Coefficient d'usure K_u

| Echantillon | Coefficient d'usure K_u ($\text{m}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$)x 10^{-3} | |
|-------------|---|-------------------|
| | Avant Nitruration | Après Nitruration |
| 1 | 6.410 | 0.490 |
| 2 | 6.650 | 0.641 |
| 3 | 6.900 | 0.986 |
| 4 | 7.390 | 1.035 |

D'après les résultats illustrés sur l'histogramme (voir Figure V.35) et le tableau V.9, nous pouvons remarquer que les échantillons nitrurés (acier 42CrMo4) présentent un taux d'usure plus faible que celui de l'avant nitruration.

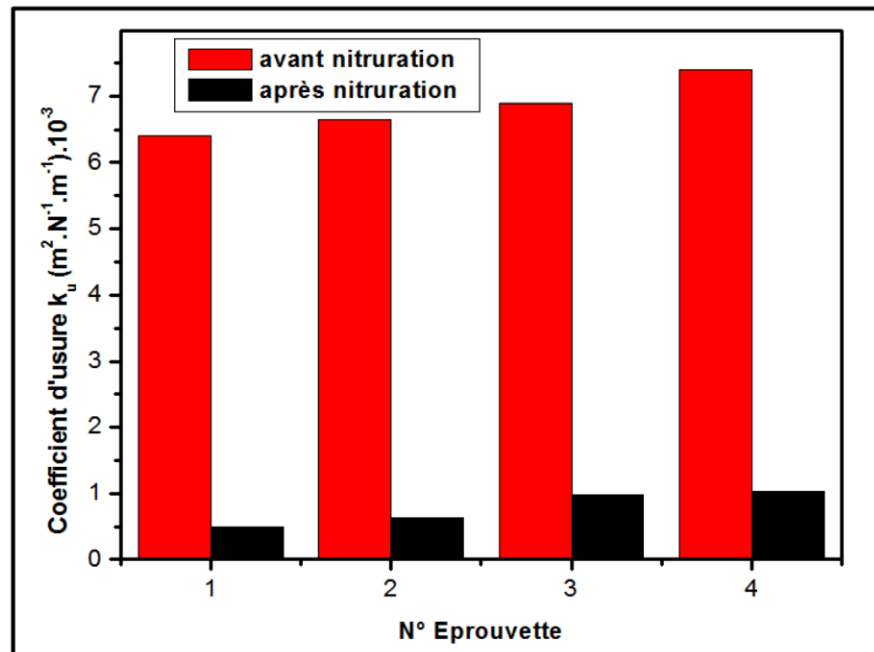


Figure V.35. Histogramme comparatif des coefficients d'usure avant et après nitration

Les résultats obtenus ont montré une amélioration du comportement tribologique de l'acier nituré. En effet, les coefficients de frottement pour l'acier nituré obtenu est nettement plus petit que dans le cas d'acier non traité, donc la nituration augmente d'une manière significative les propriétés tribologiques de l'acier.

V.7. Rugosité de surface

Selon Y.H.Qianget al [130], l'augmentation de la rugosité en surface des couches après le traitement de nitrocarburation en bain de sels est à prévoir. Nous nous sommes intéressés alors sur l'étude de la variation de l'état de surface, à savoir, les paramètres Ra, Ry et Rz après la nituration en bain de sel à 580°C en faisant varier le temps d'une heure à dix heures.

En utilisant le logiciel de traitement de données « MountainsMap© », il est possible d'obtenir un nombre important d'informations sur l'état de surface. Le logiciel calcule tous les paramètres de rugosité obtenus sur un profil (paramètres définis dans les normes : ISO 4287:1997) mais aussi les paramètres de rugosité de surface. Et bien d'autres informations permettant de caractériser la surface des échantillons (courbe de portance, profil de niveau, hauteur de marche, densité de pics...).

Les figures (V.36 et V.37) représentent les profils 3D et 2D de surface de l'acier 42CrMo4 avant nitruration en bain de sel et les figures (V.38 -V.57) représentent les profils 3D et 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après traitement de nitruration allant de (1h jusqu'à 10h). D'après ces résultats obtenus, nous constatons qu'il y a un changement dans l'état de surface de l'acier 42CrMo4 (avant et après nitruration). Comme nous pouvons noter également que ce changement dans l'état de surface continue à exister durant tout le temps du traitement. Pour cela, nous pouvons dire alors que le temps de la nitruration en bain de sel affecte l'état de la surface (En particulier, la rugosité de surface) de l'acier 42CrMo4.

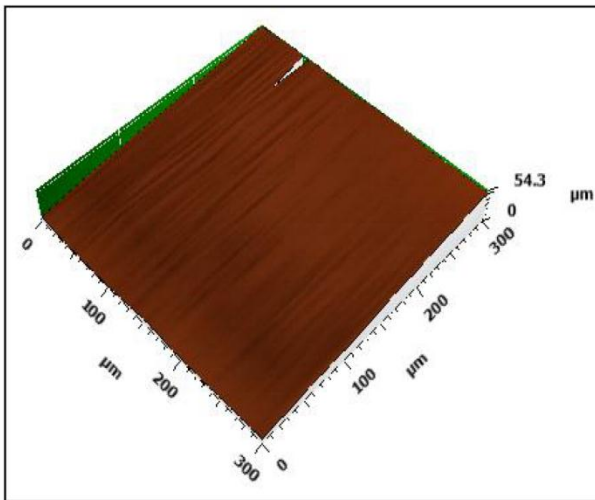


Figure V.36. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration

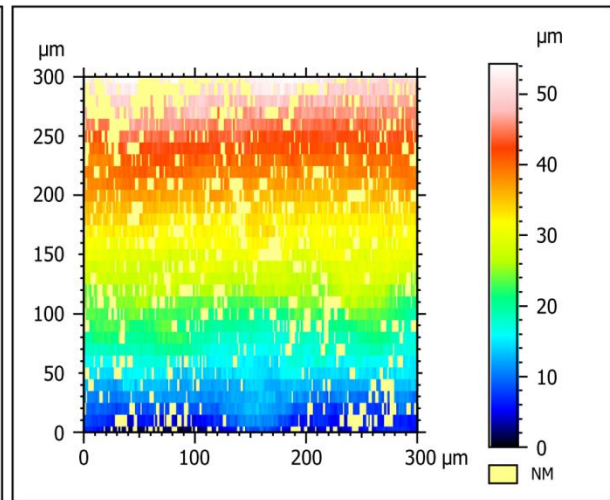


Figure V.37. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration

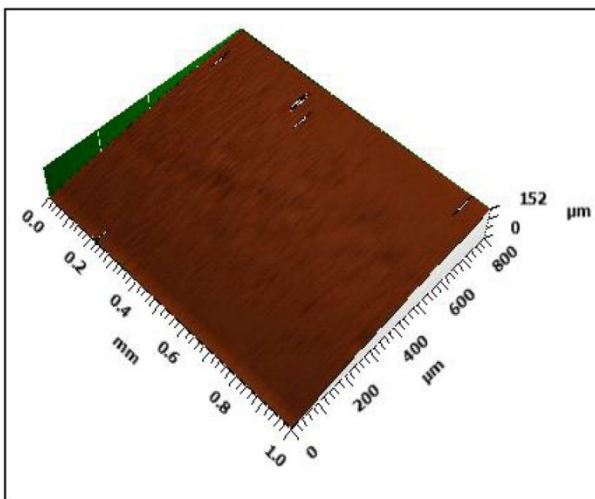


Figure V.38. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (1h)

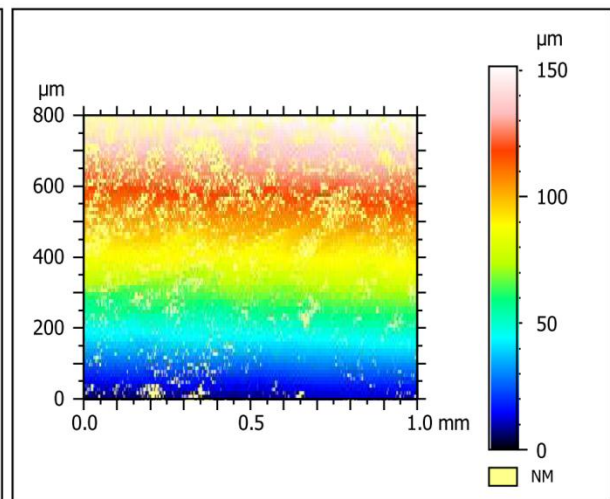


Figure V.39. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (1h)

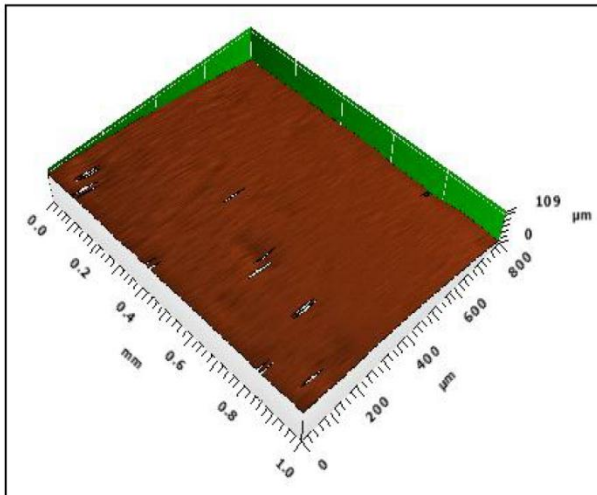


Figure V.40. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (2h)

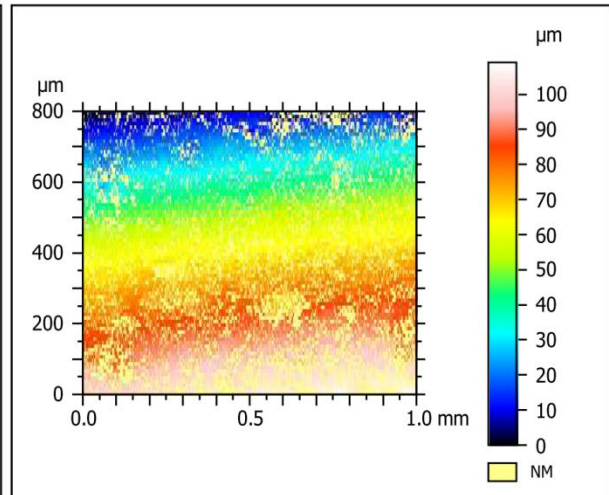


Figure V.41. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (2h)

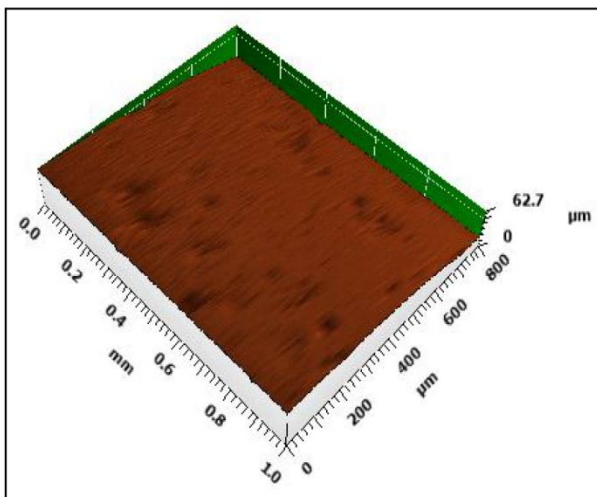


Figure V.42. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (3h)

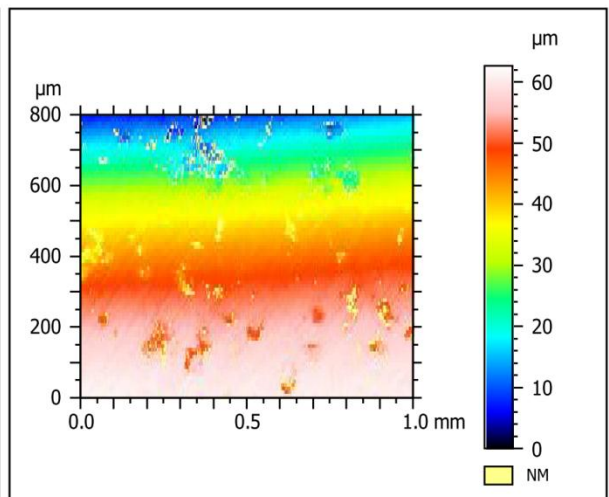


Figure V.43. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (3h)

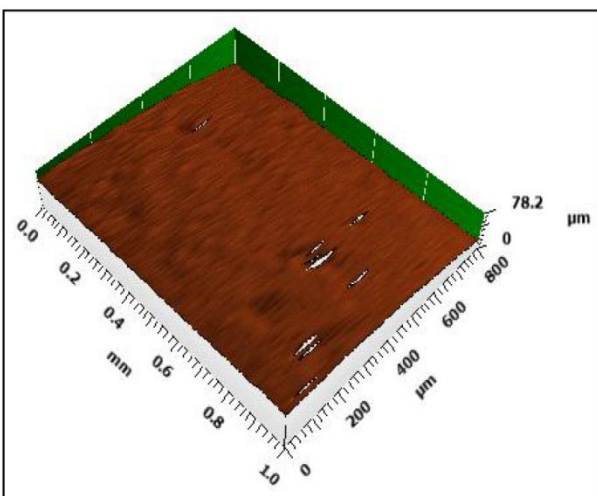


Figure V.44. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (4h)

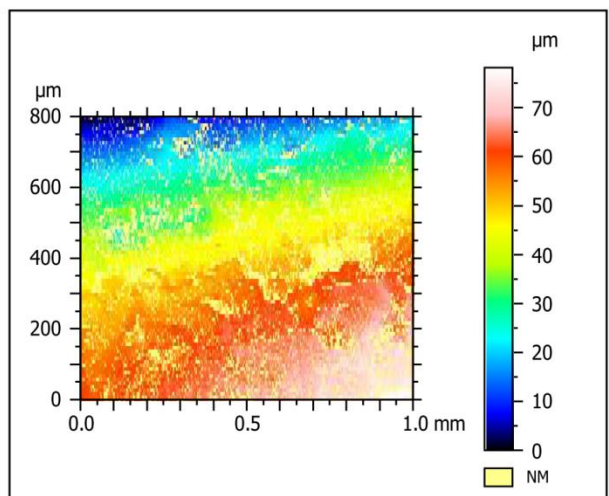


Figure V.45. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (4h)

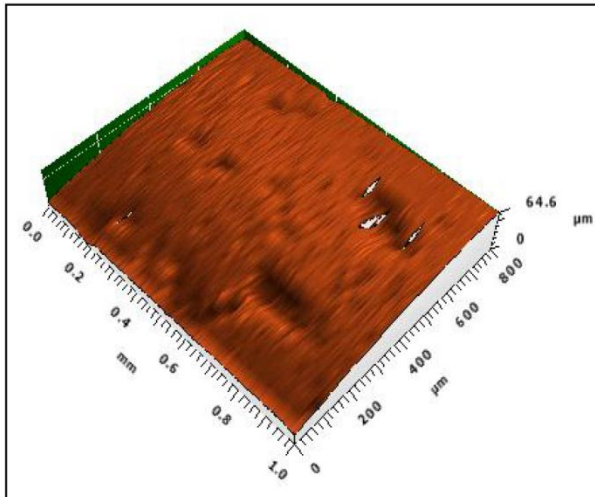


Figure V.46. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (5h)

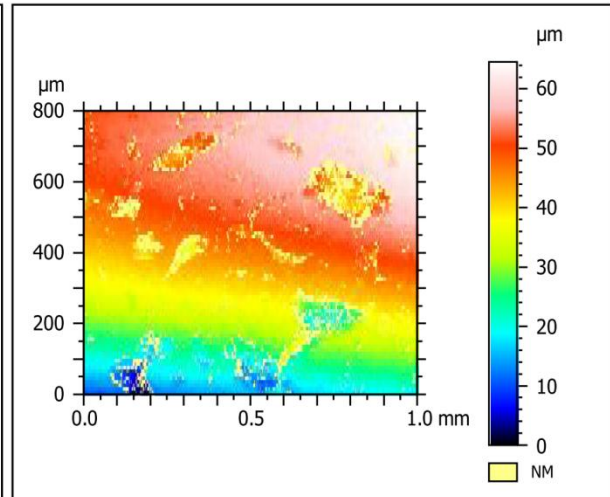


Figure V.47. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (5h)

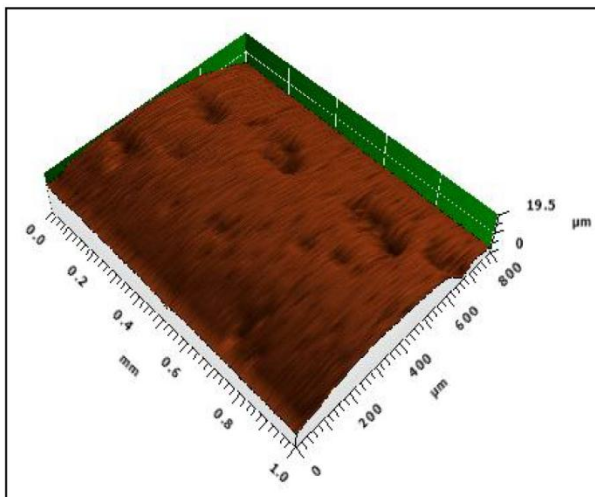


Figure V.48. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (6h)

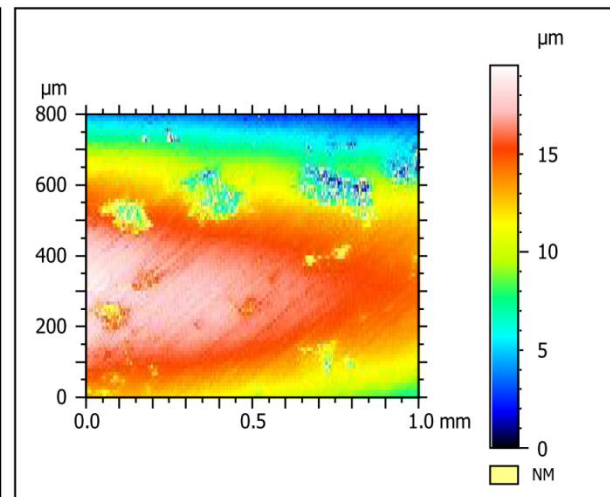


Figure V.49. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (6h)

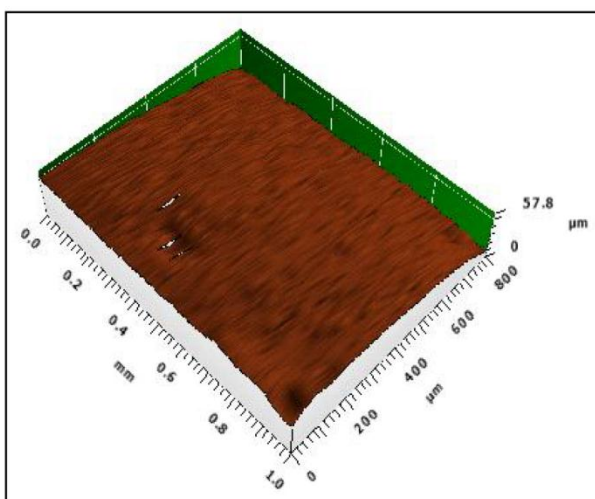


Figure V.50. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (7h)

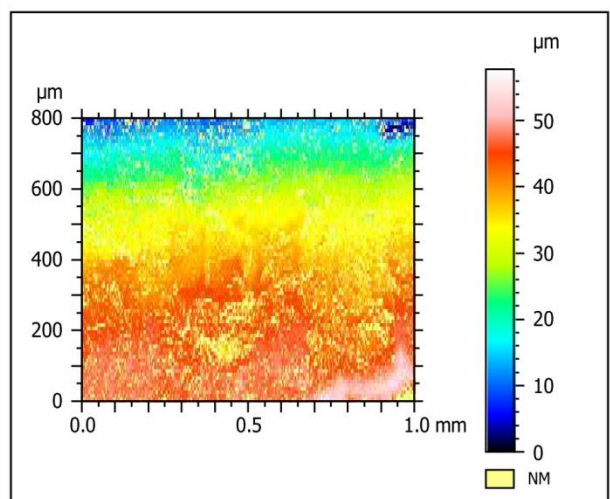


Figure V.51. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (7h)

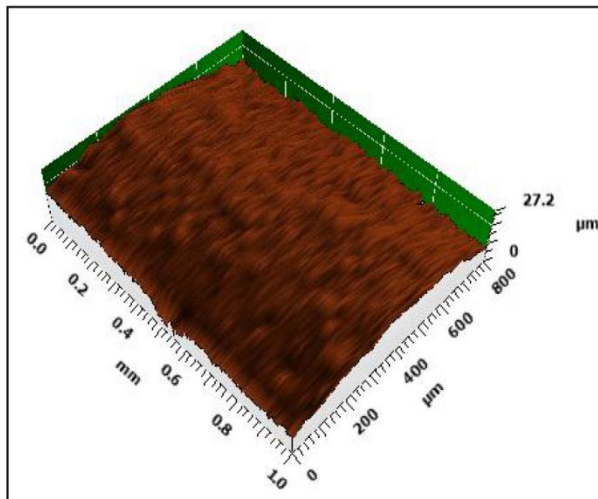


Figure V.52. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (8h)

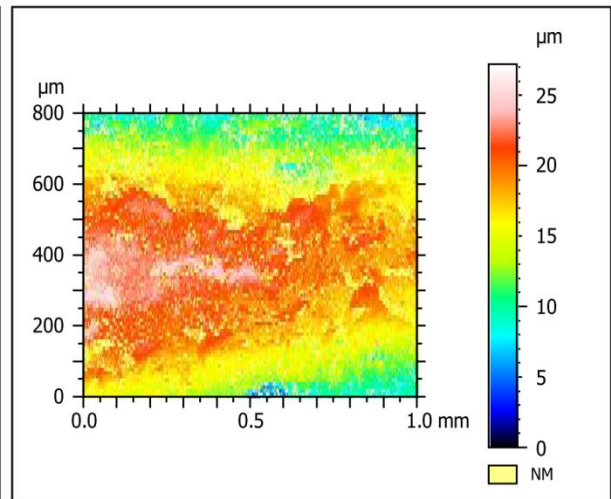


Figure V.53. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (8h)

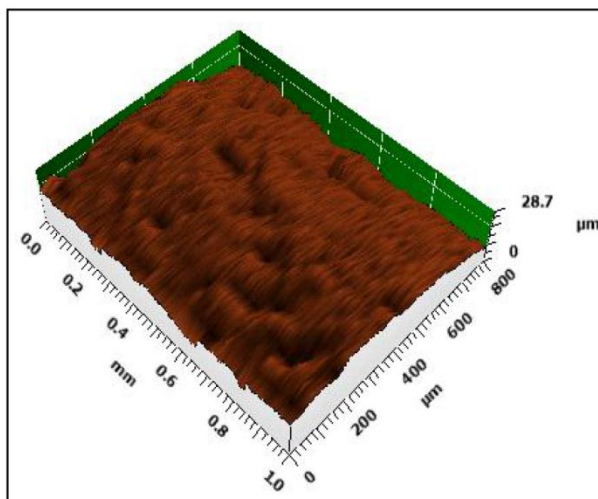


Figure V.54. Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (9h)

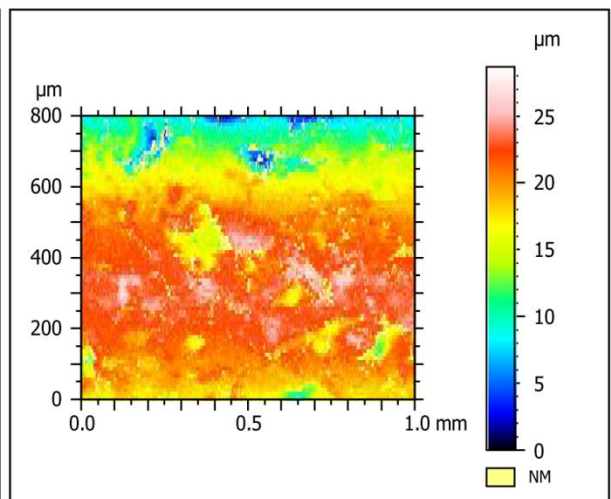


Figure V.55. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (9h)

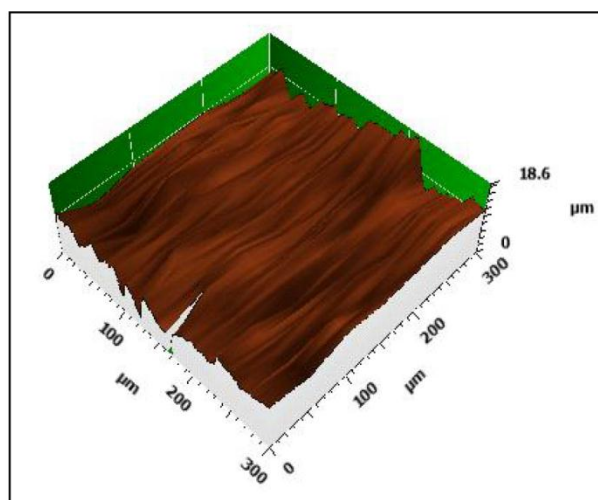


Figure V.56. : Profil 3D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (10h)

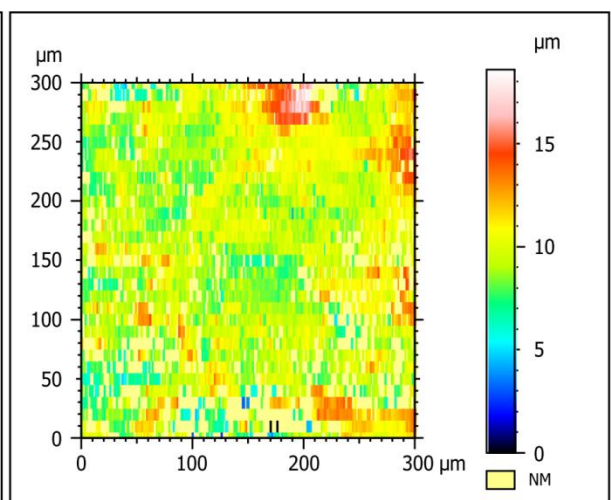


Figure V.57. Profil 2D de surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration (10h)

Nous avons représenté sur la figure V.58 le profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 avant nitruration (pour une longueur de section mesurée de 20mm et pour une précision de cette mesure de rugosité de surface de 0.01 μm). Quant aux profils de rugosité de surface après nitruration en bain de sel (après un temps de maintien allant de 1h jusqu'à 10h) sont représentés sur les figures V.59 - V.68. D'après les résultats obtenus, nous constatons un changement macroscopique dans l'état de surface de l'acier 42CrMo4 avant et après la nitruration, notons également que ce changement dans l'état de surface continue à exister durant le temps de traitement en bain de sel indépendamment de la stabilité de la température (580°C). Pour cela, nous pouvons dire que le temps de la nitruration en bain de sel augmente l'état de la rugosité de surface de l'acier 42CrMo4.

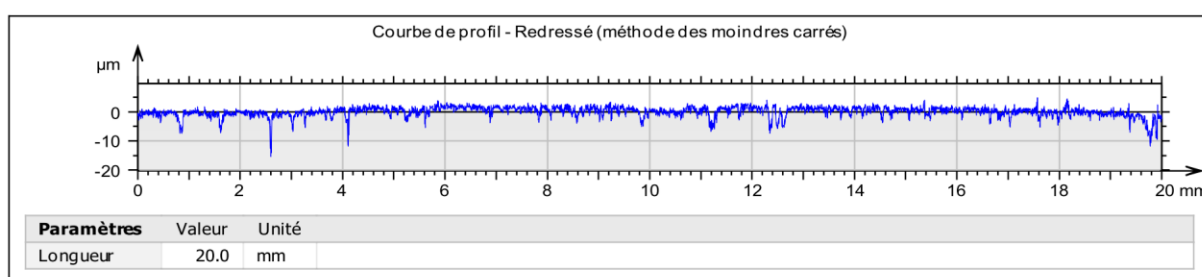


Figure V.58. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration en bain de sel

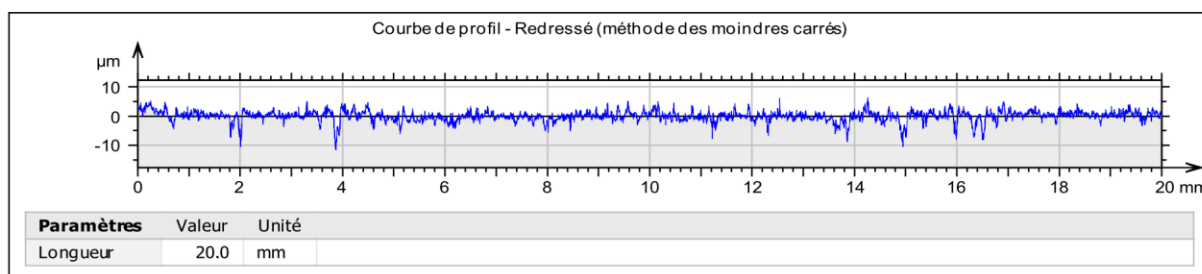


Figure V.59. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant une heure

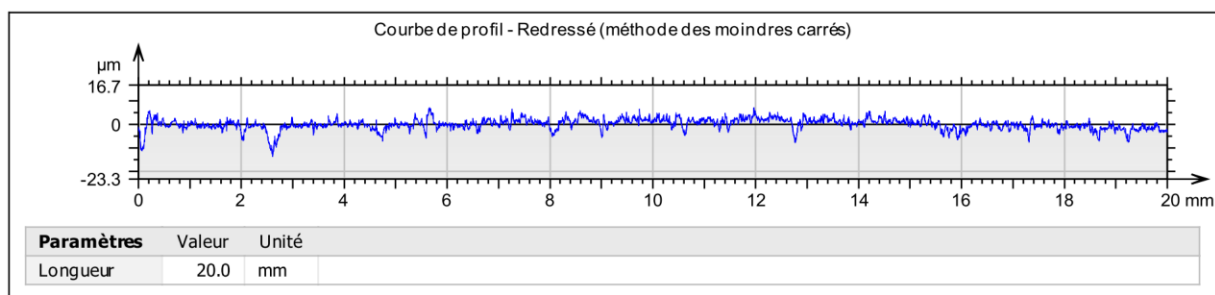


Figure V.60. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 2h

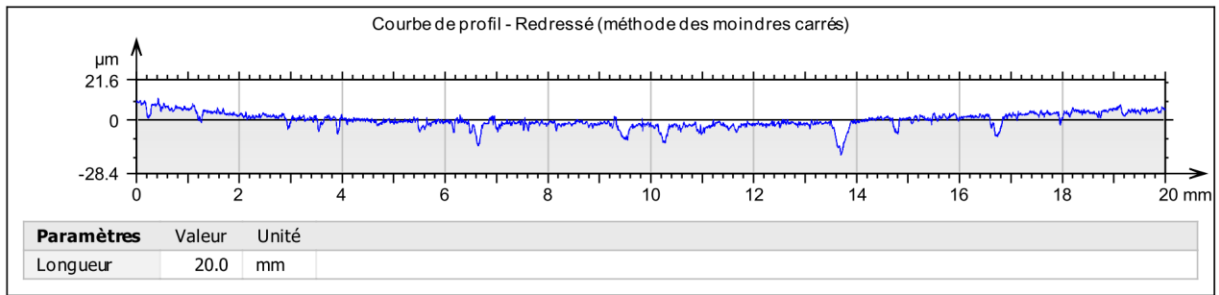


Figure V.61. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 3h

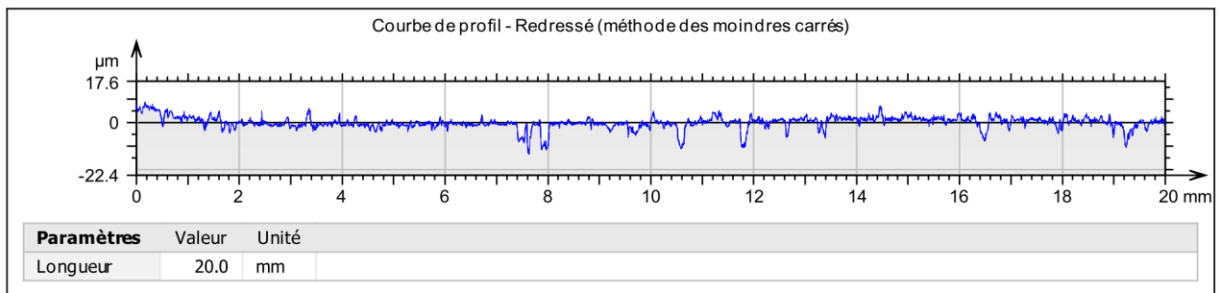


Figure V.62. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 4h

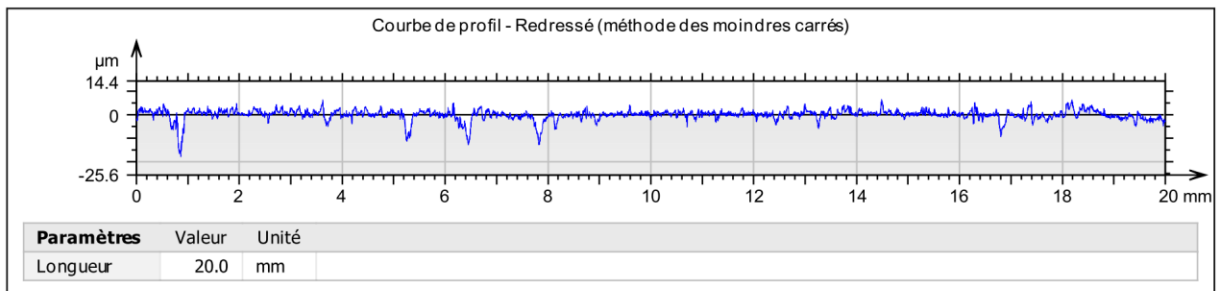


Figure V.63. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 5h

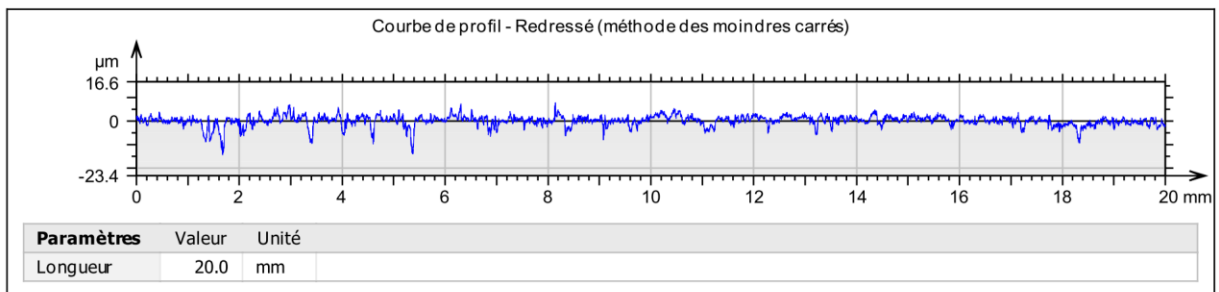


Figure V.64. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel pendant 6h

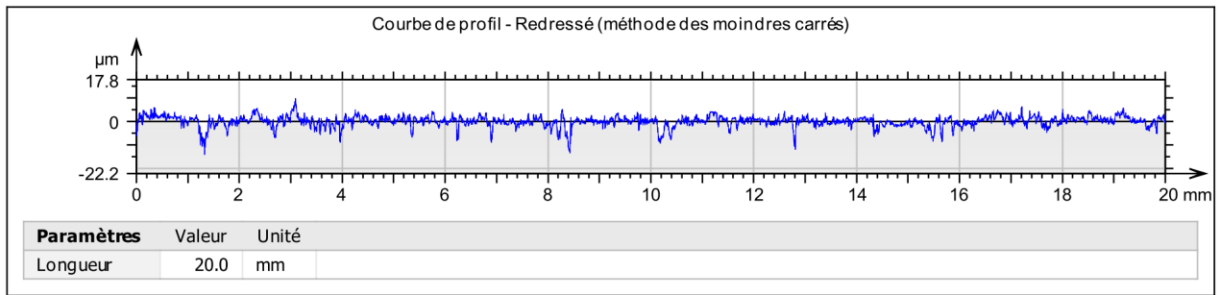


Figure V.65. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nituration en bain de sel pendant 7h

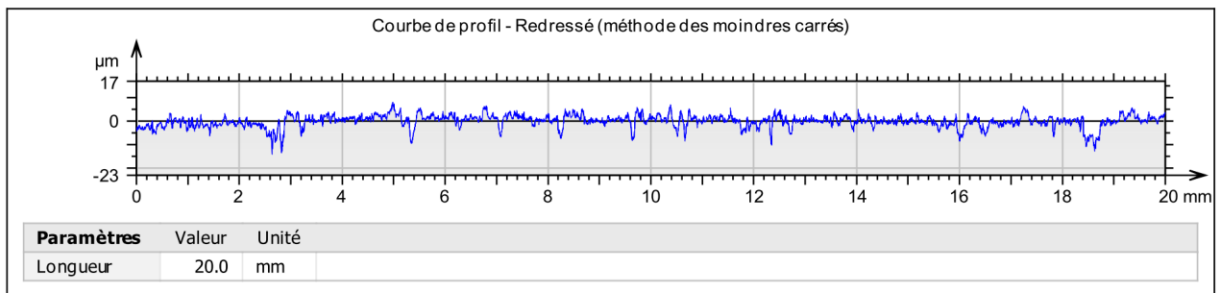


Figure V.66. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nituration en bain de sel pendant 8h

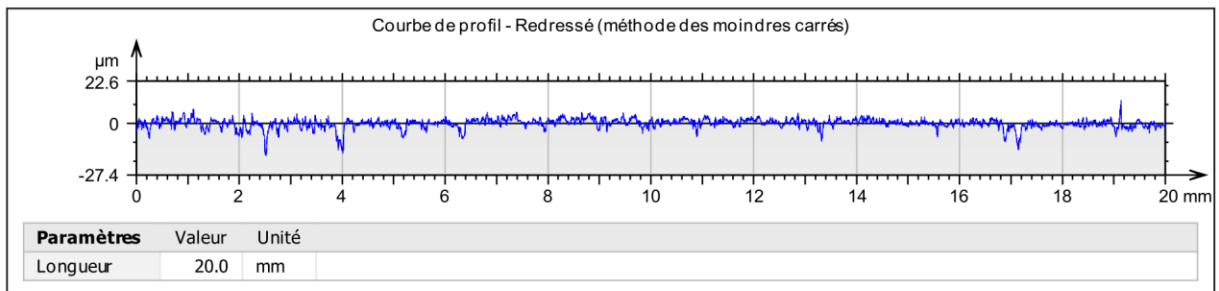


Figure V.67. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nituration en bain de sel pendant 9h

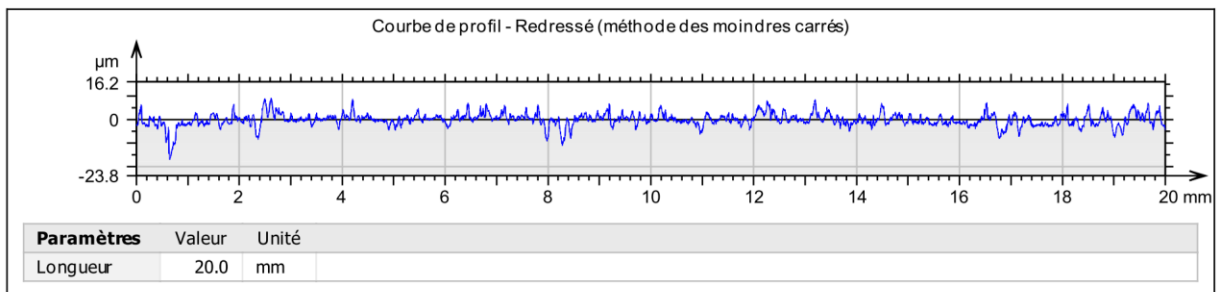


Figure V.68. Profil de rugosité de la surface de l'acier 42CrMo4 après la nituration en bain de sel pendant 10h

La figure V.69 montre la variation de la rugosité avant et après la nitruration en fonction du temps de traitement pour l'acier 42CrMo4 à 580°C pendant un temps allant de 1h jusqu'à 10h. L'allure de la courbe de cette figure énonce que les valeurs des paramètres de rugosité de surface (Ra, Rz et Rq) augmentent en fonction du temps de traitement. En effet, ces valeurs de rugosité passent respectivement de : 1.09 ; 1.4 ; et 7.5 μm (après un maintien de 1h) aux valeurs de : 1.4 ; 1.9 ; et 10.3 μm (après un maintien de 10h).

Les résultats obtenus après nitruration en bain de sels de l'acier 42CrMo4 sont en bon accord avec les travaux de E. Rolinski et M. Zlatanovic et al [127,131]. La structure poreuse obtenue joue donc un rôle non négligeable sur la rugosité ; cette dernière influe directement sur la tenue à l'usure. En conséquence, une augmentation de la rugosité conduit à une élévation de la vitesse d'usure sachant que le processus d'usure est étroitement lié à la structure du matériau [132].

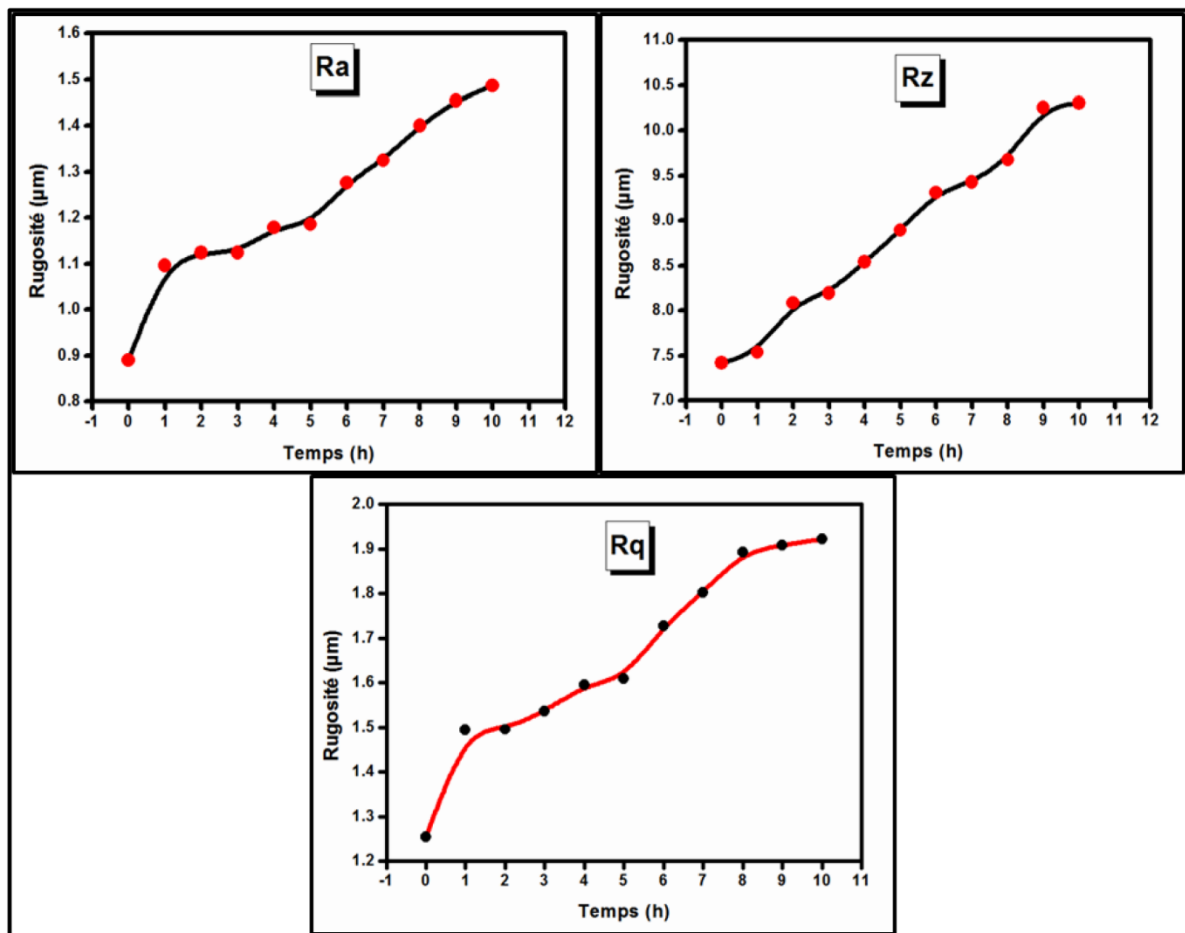


Figure V.69. Variation de la rugosité Ra, Rz et Rq de 42CrMo4 en fonction du temps de la nitruration en bain de sel à 580°C

V.8. Conclusion

L'étude du comportement mécanique de l'acier 42CrMo4 après nitruration en bain de sels par le procédé TENIFER aboutit aux points suivants :

- La structure obtenue après nitruration est une structure compacte, poreuse formée de nitrures ε -Fe₂₋₃N et γ' -Fe₄N et des oxydes de fer après l'introduction simultanée d'azote et du carbone.
- La nitruration en bain de sel est un moyen efficace pour l'obtention d'une couche dure riche en azote et carbone et pour l'amélioration des propriétés surfaciques des aciers.
- Ce traitement nous a permis d'améliorer les propriétés mécaniques de la résistance (Rm et Re), de dureté (H), de la résilience (K) et une diminution des propriétés de ductilité (A).
- Les résultats de frottement et d'usure (après nitruration) ont donné un taux plus faible que ceux de l'acier non traité.
- De même, la rugosité de surface a augmenté après recouvrement de la surface externe de l'acier 42CrMo4 par les couches de nitrures.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Conclusion générale et perspectives

L'étude du comportement mécanique de l'acier 42CrMo4 après nitruration en bain de sels par le procédé TENIFER aboutit aux points suivants :

- La structure obtenue après nitruration est une structure compacte, poreuse formée de nitrures ε -Fe₂₋₃N et γ' -Fe₄N et des oxydes de fer après l'introduction simultanée d'azote et du carbone.
- La nitruration en bain de sel est un moyen efficace pour l'obtention d'une couche dure riche en azote et carbone et pour l'amélioration des propriétés surfaciques des aciers.
- Ce traitement nous a permis d'améliorer les propriétés mécaniques telles que : la résistance (Rm et Re), la dureté (Hv), la résilience (K) et une diminution des propriétés de ductilité (A).
- Les tests de tribologie révèlent une augmentation de la résistance à l'usure et la résistance au frottement après nitruration en bain de sel.
- De même, la rugosité de surface a augmenté après recouvrement de la surface externe de l'acier 42CrMo4 par les couches de nitrures.
- L'étude de l'état de surface par profilométrie nous a permis de conclure qu'avec l'augmentation du temps de traitement, l'extrême surface après nitruration, devient de plus en plus rugueuse.
- D'un point de vue strictement mécanique, le traitement de nitruration d'un acier se traduit par une augmentation considérable de la dureté superficielle et par l'établissement d'un champ de contraintes résiduelles de compression dans la couche nitrurée. La conjonction de ces effets a pour conséquence, outre l'amélioration de la

résistance à l'usure et la résistance au frottement, un accroissement très significatif des propriétés de fatigue, en particulier de flexion.

Perspectives

Afin de mieux comprendre le comportement mécanique de l'acier 42CrMo4 d'autres techniques de caractérisation de la surface adéquates et performantes doivent être envisagées, en particulier cémentation et trempe superficielle. Une seconde perspective concerne la modélisation du comportement de formation des couches nitrurées (couche combinaison et couche diffusion). Enfin, le dernier point concerne une étude sur le plan tribologique afin d'évaluer la synergie entre les phénomènes d'usure et de rugosité.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1] A. Constant, G. Henry, J.C. Charbonnier «Principes de base des traitements thermiques thermochimiques et thermomécaniques des aciers. Influence de différents facteurs sur la grosseur de grain ferritique». PYC EDITION (1992).
- [2] P. H. Shipway, I. M. Hutchings «The role of particle properties in the erosion of brittle materials». Wear 193 (1996) 105-113.
- [3] F. Lin et H. Shao « The effect of impingement angle on sturry erosion ». Wear 141 (1991) 279-289.
- [4] S. Mohan, VedPrakash, J.P. Pathak « Wear characteristics of HSLA steel». Wear 252 (2002) 16-25.
- [5] M.A. Terres, H. Sidhom, A.C. Larbi, H.P. Lieurade «Tenue en fatigue flexion d'un acier nitrure». Ann. Chim. Sci. Mat 28 (2003) 25-41.
- [6] A. Celik, S. Karadeniz «Improvement of the fatigue strength of AISI 4140 steel by an ion nitriding process». Surf. Coat. Technol 72 (1995) 169-173.
- [7] A. Alsarani, F. Yildiz, A. Celik «Effects of post-aging on wear and corrosion properties of nitrated AISI 4140 steel». Surf. Coat. Technol 201 (2006) 3147–3154.
- [8] B. Podgornik, J. Vižintin, O. Wänstrand, M. Larsson, S. Hogmark, H. Ronkainen, K. Holmberg « Tribological properties of plasma nitrated and hard coated AISI 4140 steel». Wear 249 (2001) 254–259.
- [9] O. Belahssen «Etude comparative du comportement chimique et tribologique des aciers nitrurés». Thèse de doctorat université Mohamed Khider – Biskra (2013).
- [10] W. Moller, S. Mukherjee «Plasma-based ion implantation». Current Science Association 83 (2002) 237-253.
- [11] J. C. Stinville «Evolution des microstructures et textures locales par nitruration plasma de l'acier 316L. Répercussion sur sa durabilité en fatigue». Thèse de doctorat l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique Poitiers, French (2010).
- [12] F. Mahboubi, M. Samandi, D. Dunne, A. Bloyce, T. Bell «Plasma nitriding of microalloyed steel». Surf. Coat. Tech 71(1995)135-141.
- [13] C. Blawert, B.L. Mordike «Industrial applications of plasma immersion ion implantation». Surf. Coat. Tech 93 (1997) 274-279.

- [14] C. Blawert, B.L. Mordike, U. Rensch, R. Wünsch, R. Wiedemann, H. Oettel «Influence of the material composition on the nitriding result of steels by plasma immersion ion implantation». *Surf. Coat.Tech* 131(2000) 334-339.
- [15] Y.Z. Shen, K.H. Oh, D.N. Lee «Nitriding of steel in potassium nitrate salt bath». *Scripta Materialia* 53 (2005) 1345–1349.
- [16] J. Wang, Y. Lin, J. Yan, D. Zen, Q. Zhang, R. Huang, H. Fan «Effects of tetrahedral amorphous carbon film deposited on dental cobalt–chromium alloys on bacterial adhesion». *Surf. Coat.Tech* 206 (2012) 3399–3404.
- [17] P. Jacquet, J.B. Coudert, P. Lourdin « How different steel grades react to a salt bath nitrocarburizing and post-oxidation process: Influence of alloying elements». *Surf. Coat.Tech* 205(2011) 4064-4067.
- [18] R. Huang, J. Wang, S. Zhong, M. Li, J. Xiong, H. Fan «Surface modification of 2205 duplex stainless steel by low temperature salt bath nitrocarburizing at 430°C». *Applied Surface Science* 271 (2013)93– 97.
- [19] G.J. Li, J. Wang, Q. Peng, C. Li, Y. Wang, B. Shen «Influence of salt bath nitrocarburizing and post-oxidation process on surface microstructure evolution of 17-4PH stainless steel». *journal of materials processing technology* 207 (2008)187–192.
- [20] Y.Z. Shen, K.H. Oh, D.N. Lee «Nitrogen strengthening of interstitial-free steel by nitriding in potassium nitrate salt bath». *Materials Science and Engineering A* 434(2006). 314–318.
- [21] Article intitulé : Nitruración en sales: se aplica sobre piezas acabadas - <http://www.interempresas.net/MetalMecanica/FeriaVirtual/Producto-Nitruracion-en-sales-Tenifer-64228.html>
- [22] T. Czerwiec, N. Renevier, H. Michel «Low-temperature plasma-assisted nitriding». *Surf. Coat. Tech* 131 (2000)267-276.
- [23] J. Musil, J. Vlcek, M. Ruzicka «Recent progress in plasma nitriding». *Vacuum* 59 (2000) 940-951.
- [24] G. Fallot «Rôle du carbone lors de la nitruration d'aciers de construction et influence sur les propriétés mécaniques». Thèse de doctorat l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, French (2015).
- [25] D.Pye «Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing». Materials Park, OH: ASM International (2003).
- [26] M. Somers «Thermodynamics, kinetics and microstructural evolution of the compound layer; A comparison of the states of knowledge of nitriding and nitrocarburizing». *Heat Treatment of Metals* 4 (2000) 92-102.

- [27] H. Du , M. Somers, J. Agren «Microstructural and compositional evolution of compound layers during gaseous nitrocarburizing». Metallurgical and Materials Transactions A 31 (2000) 195-211.
- [28] Article intitulé : Nitruración gaseous: it allows to obtain layers to the letter - [http://www.interempresas.net/ Mechanical-Components/ Companies-Products/ Product Nitruracion-gaseous-Nitreg-16468.html](http://www.interempresas.net/Mechanical-Components/Companies-Products/Product/Nitruracion-gaseous-Nitreg-16468.html)
- [29] A. Sokolowska, J. Rudnicki, P. Beer, L. Maldzinski, J. Tacikowski, J. Baszkiewicz «Nitrogen transport mechanisms in low temperature ion nitriding». Surf. Coat. Tech 142(2001)1040-1045.
- [30] L. Barallier «Genèse des contraintes résiduelles de nitruration Etude expérimentale et modélisation». Thèse de Doctorat ENSAM, Cluny, France (1992)
- [31] D. She, W. Yue, Z. Fu, Y. Gu, C. Wang, J. Liu «The effect of nitriding temperature on hardness and microstructure of die steel pre-treated by ultrasonic cold forging technology». Materials and Design 49 (2013) 392–399.
- [32] C. Blawert, B.L. Mordike, U. Huchel, S. Strämke, G.A. Collins, K.T. Short, J. Tendys «Surface treatment of nitriding steel 34CrAlNi7: a comparison between pulsed plasma nitriding and plasma immersion ion implantation». Surf. Coat. Tech 98 (1998)1181-1186.
- [33] D.C. Wen «Microstructure and corrosion resistance of the layers formed on the surface of precipitation hardenable plastic mold steel by plasma-nitriding». Applied Surface Science 256 (2009)797-804
- [34] O. Wang, L. Zhang, H. Shen «Microstructure analysis of plasma nitrided cast/forged CoCrMo alloys». Surf. Coat. Tech 205 (2010) 2654–2660.
- [35] Article intitulé : Pulsed plasma technology for surface engineering-<http://www.eltro.co.uk/treatments-services/plasma-nitriding>
- [36] H. Du, J. Ågren «Formation of compound layers on iron during gas nitriding». Surf. Eng 11 (1995) 301-308.
- [37] L. Torchane, P. Bilger, J. Dulcy, M. Gantois «Control of Iron Nitride Layers Growth Kinetics in the Binary Fe-N System». Metallurgical and Materials Transactions A 27 (1996) 1823-1835.
- [38] T. Belmonte, S. Bockel, H. Michel, D. Ablitzer «Study of transport phenomena by 3D modeling of a microwave post-discharge nitriding reactor». Surf. Coat. Tech 112 (1999)5-9.
- [39] M. B. Karamis «Some effects of the plasma nitriding process on layer properties». Thin Solid Films 217 (1992) 38-47.
- [40] S. Touimi «Procédé de nitruration de films minces de molybdène dans des plasmas (Ar-N₂-H₂) étendus activés par microonde. Diagnostic du plasma et du matériau». Thèse de doctorat Université de LIMOGES (2011).

- [41] D. Ghiglione, C. Leroux, C. Tournier «Nitruration, nitrocarburation et dérivés». Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques M1227 (2000) 20-21.
- [42] L. Marot «Développement d'un nouveau système d'implantation ionique en immersion plasma et analyses des processus de nitruration de matériaux métalliques et semi-conducteurs». Thèse de doctorat Université de POITIERS (2001).
- [43] J. P. Peyre, Y. M. Chen, D. Duchateau «Amélioration du comportement en frottement et de la résistance à l'usure par traitements thermiques et thermochimiques ». Revue traitement thermique 315 (1999) 19- 25.
- [44] H.J. Goldschmidt «Interstitial Alloys ». Butterworths and Co Ltd (1967).
- [45] D. Gerardin, H. Michel, J.P. Morniroli, M. Gantois «Etude microstructurale des couches nitrurées du fer pur obtenues par bombardement ionique». Mémoires Scientifiques Revue Métallurgie (1977).
- [46] E. Lehrer «Über das eisen wasserstoff-ammoniak gleichgewicht». Z. Elektrochemie 36 (193)383–392.
- [47] J. Michalski, J. Tacikowski, P. Wach, E. Lunarska, H. Baum «Formation of single-phase layer of γ' -nitride in controlled gas nitriding». Metal Science and Heat Treatment 47(2005) 516–519.
- [48] S.S. Hosmani, R.E. Schacherl, E.J. Mittemeijer «Compound layer formation on iron-based alloys upon nitriding ; phase constitution and pore formation». HTM, 63 (2008)139-146.
- [49] H.C.F. Rozendaal, P.F. Colijn, E.J. Mittemeijer «Morphology, composition and residual stresses of compound layers of nitrocarbured steels». Surface Engineering 1 (1985) 30–43.
- [50] J. Barralis, L. Castex, J.C. Chaize «Influence des conditions de traitement sur la distribution des phases et des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées». Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie (1986).
- [51] M.P. Alanou, H.P. Evans, R.W. Snidle «Effect of different surface treatments and coatings on the scuffing performance of hardened steel discs at very high sliding speeds». Tribology International 102 (2004)37–93.
- [52] J. Hertz «Diagrammes d'équilibre - alliages binaires». Techniques de l'Ingénieur(1999).
- [53] H. Michel «Nitruration de surfaces métalliques». Journées d'Études Oléron 87 Les Éditions de Physique (1988) 465– 486.
- [54] B. Hocheid ,P. Poupeau «Alliages ternaires». Technique de l'Ingénieur - Métallurgie (1956).

- [55] H. Okamoto et all «Alloy phase diagrams». ASM V3 (1992).
- [56] D. Ghiglione , F. Convert, C. Tournier «Nitruration, nitrocarburation et dérivés». Technique de l'Ingénieur - Métallurgie (1956).
- [57] J.P. Eyre, C. Tournier, P. Baldo «Nitruration par le procédé Alnat N. Caractéristiques du procédé, structure des couches réalisées ». Trait. Therm 219 (1988) 31-38.
- [58] D.H. Jack, K.H. Jack «Carbides and Nitrides in Steel». Materials Science and Engineering 11 (1973) 1-27.
- [59] B.J. Lightfoot, D.H. Jack «Kinetics of nitriding with and without white-layer formation». Heat Treatment 73 (1973)59-65.
- [60] V.A. Phillips, A.U. Seybolt « A Transmission Electron Microscopic Study of some Iron-Nitrided Binary Iron Alloys and Steels ». Transactions of the metallurgical society of AIME of AIME 242 (1968).2415- 2422.
- [61] R.G. Baker, J. Nutting «Precipitation processes in steels». The Iron and Steel Institute Journal special report 64 (1959).
- [62] J.N. Locquet «Caractérisations métallurgiques et mécaniques de couches nitrurées Relation microstructure - comportement». Thèse Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Aix en Provence (1998).
- [63] G. Berangerd «Le livre de l'acier». Sollac (1994).
- [64] M. Sennour «Apport de la microscopie électronique en transmission et de la spectroscopie EELS à la caractérisation de nitrures (AlN, CrN) dans le fer et l'alliage Fe-Cr». Thèse Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (2002).
- [65] M.A. Cisneros «Etude des mécanismes d'interaction entre le manganèse, l'aluminium et l'azote dans les alliages ferreux. Définition et mise au point d'une nouvelle classe d'aciers particulièrement aptes au durcissement superficiel par nitruration». Thèse INPL,Nancy (1984).
- [66] K. Born, W. Koch « Einfluss des Aluminiums auf die Eigenschaften weicher unlegierter Stähle ». Stahl und Eisen 72 (1952) 1268-1277.
- [67] W. Jolley « Effect of heating rate on recrystallization and anisotropy in aluminium-killed and rimmed sheet steels». The Iron and Steel Institute Journal 205 (1967)321-328.
- [68] F.G. Wilson, T. Gladman « Aluminium nitride in steel». International Materials Reviews 33 (1988)221-287.
- [69] M. Hansen, K. Anderko « Constitution of binary alloys». 2nd Edition New York Mc Graw Hill (1958).

- [70] J.A. Wright, A.G. Quarrell « Effect of chemical composition on intergranular fracture in carbon steel castings containing aluminum and nitrogen». Journal of The Iron and Steel Institute April (1962)299-307.
- [71] V. Guetaz «Caractérisation de l'état d'engagement de l'azote au cours du process de transformation d'aciers calmés à l'aluminium - Conséquences sur les propriétés d'emboutissabilité après recuit continu». Thèse INSA Lyon (2002).
- [72] M.H. Biglari, C.M. Brakman, E.J. Mittemeijer «Crystal structure and morphology of AlN precipitating on nitriding of an Fe-2at.%Al alloy». Philosophical Magazine A 72 (1995) 1281-1299.
- [73] N.P. Babenko, A.V. Gavrilova, G.F. Kosolapov, YU.D. Tyapkin « Crystal structure of ironnickel austenite with a nitrogen content and alloyed with nitride formers ». Fiz. Metal. Metalloved 46 (1978)1004-1011.
- [74] S. Hanai, N. Takemoto, Y. Mizuyama « Precipitates of Cubic Structure Detected in Low-Carbon Aluminum-Killed Steels». Transactions Iron and Steel Institute of Japan 11 (1971) 24-31.
- [75] T. Gladman, F.B. Pickering «Grain coarsening of austenite». Journal of the Iron and Steel Institute 205 (1967) 653-664.
- [76] J.P. Calvel «Détermination expérimentale des contraintes résiduelles introduites par la nitruration gazeuse d'aciers 35CD4 et 40CAD6.12 - Relations avec le durcissement». Thèse INPT, Toulouse (1983).
- [77] P. Jiansheng, H. Minjuan, M. Lizhong, T. Weiyang, X. Zhengcal , T. Yuquan «Mathematical model of Contralled Nitriding and its Application». Proceeding of Heat Treatment 83 (1984)11-17.
- [78] K. Sachs , D.B. Clayton «Nitriding and Nitrocarburising in Gaseous Atmospheres ». Heat treatment of Metals 2 (1979)29-34.
- [79] S.D. Chyou , H.C. Suffi «Structure and Electrochemical Properties of Plasma-Nitrided Low Alloy Steel ». Materials Science and Engineering 129 (1990)109-117.
- [80] E.J. Mittemeijer «The Relation Between Residual Macro- and Microstresses and Mechanical Properties of Case-hardened Steels ». Proceeding of Heat Treatment 83 (1983) 161-187.
- [81] I. Ralph et all «Metal fatigue in engineering ». second edition (1980).
- [82] D.H. Jack , S. Winnick «Effect of process Variables on the Fatigue Resistance of Nitrided steel». Proceeding of Heat Treatment 79 (1979) 169-177.
- [83] Y. Sun , T. Bell «Plasma Surface Engineering of Low Alloy Steel». Materials Science and engineering 140 (1990)419-434.

- [84] M.M. Tomic, R. Gligorijevic «Plasma Nitriding Improvements of Fatigue Properties of nodular Cast Iron Crankshafts». *Materials Science and Engineering* 140 (1991)469-473.
- [85] L. Castex, J. Barralis, J.C. Chaize «Etude de la Tenue en Fatigue de l'Acier 32 CDV /3 Nitruré ». *Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie* (1987).
- [86] S. Preston «Bending Fatigue Strength of Nitrocarburized Steel SS2244». *Materials Science and Engineering* 160 (1993)7-15.
- [87] P. De la Cruz, M. Odén, T. Ericson «Influence of plasma nitriding on fatigue strength and fracture of a B-Mn steel». *Mater. Sci. Eng. A* 242(1998) 181-194
- [88] B.K. Ones, J.W. Martin « Residual stress distribution in nitride EN 41 B steel as function of case depth ». *Met. Technol* 4 (1977) 520-523.
- [89] I. M. Hutchings «Tribology, Friction and Wear of Engineering Materials». Elsevier, London (2017).
- [90] ASM INTERNATIONAL «Metals Handbook: Friction, Lubrication and Wear technology». Volume 18 (1992).
- [91] C. Saïed, A. Chala, O. Belahssen, S. Benramache «Tribological behavior of 42CrMo4 steel nitrated by plasma». *Acta Metallurgica Slovaca* 21 (2015) 220-225.
- [92] Ş. Ekinçi, A. Akdemir, M.T. Demirci « Effect of Surface Roughness of Salt Bath Nitrated AISI 4140 to the Wear Rate». 6th International Advanced Technologies Symposium (IATS'11)(2011)16-18.
- [93] A. Corne, J.P. Deville «physique et ingénierie de surface». EDP Sciences (1998).
- [94] Ş. Ekinçi, A. Akdemir, H. Kahramanli «Modeling And Investigation Of The Wear Resistance Of Salt Bath Nitrated Aisi 4140 Via Ann». *Surface Review and Letters* 20(2013) 3-4.
- [95] Z. Gawronski «Residual stresses in the surface layer of M2 steel after conventional and low pressure NITROVAC 79 nitriding proses». *Surf. Coat. Tech* 124 (2000)19-24.
- [96] A. Ellermann, B. Scholtes «The Bauschinger Effect in Different Heat Treatment Conditions of 42CrMo4». *International journal of structural changes in solids*3 (2011)1-13.
- [97] M. Flori et all «Influence of microstructure defects on the properties of 42CrMo4 nitrated steel». *International journal of engineering* 9 (2011)141-146.
- [98] E. Ghelloudj, H. Djebaili, M.T. Hannachi, A Saoudi, B. daheche «The influence of salt bath nitriding variables on hardness layer of aisi 1045 steel». *Acta Metallurgica Slovaca* 22 (2016)188–194.
- [99] Z. Zhou, M. Dai, Z. Shen, J. Hu «A novel rapid D.C. salt bath nitrocarburizing technology». *Vacuum* 109 (2011) 144-147.

- [100] I. Calliari, M. Dabalà, E. Ramous, M. Zanesco, E. Gianotti « Microstructure of a Nitrided Steel Previously Decarburized». *Journal of Materials Engineering and Performance* 15 (2006) 693–698.
- [101] S.A. Kusmanov, A.A. Smirnov, Yu.V. Kusmanova, P.N. Belkin «Anode plasma electrolytic nitrohardening of medium carbon steel». *Surf. Coat. Tech* 269 (2015) 308-313.
- [102] D. Girardon, JY. Moraux «l'acier 32CrMoV13 nitruré pour application aéronautique» (2002).
- [103] M. Nikolussi, A. Leineweber, E. Bischoff, E. J. Mittemeijer «Examination of Phase Transformations in the System Fe-N-C by means of Nitrocarburizing Reactions and Secondary Annealing Experiments; The $\alpha+\epsilon$ Two-Phase Equilibrium». *Int. J. Mater. Res* 98 (2007)1086–1092.
- [104] H. Kovacı, A.F. Yetim, Ö. Baran, A. Çelik «Fatigue crack growth analysis of plasma nitrided AISI 4140 low-alloy steel: Part 1-constant amplitude loading». *Materials Science & Engineering* 672 (2016)257–264.
- [105] M. Karakan, A. Alsarar, A. Celik «Effect of process time on structural and tribological properties of ferritic plasma nitrocarburized AISI 4140 steel». *Materials and Design* 25 (2004) 349–353.
- [106] S. Barella, M. Boniardi, S. Cincera, M. Bellogini « Nitriding problems on rolled rings made of 42CrMo4». *La Metallurgia Italiana* 2 (2011) 5-10.
- [107] M. Pérezza, F. J. Belzunce «A comparative study of salt-bath nitrocarburizing and gas nitriding followed by post-oxidation used as surface treatments of H13 hot forging dies». *Surf. Coat. Tech* 305 (2016) 146-157.
- [108] J. Wang, Y. Lin et al «Influence of time on the microstructure of AISI 321 austenitic stainless steel in salt bath nitriding». *Surf. Coat. Tech* 206 (2012) 3399–3404.
- [109] S. Y. Sirin, E. Kaluc «Structural surface characterization of ion nitrided AISI 4340 steel». *Materials and Design* 36 (2012) 741–747.
- [110] C. A. Jr, J. A. Rodrigues, A. E. Martinelli «Growth of nitrided layers on Fe–Cr alloys». *Materials Science & Engineering* 279 (2000) 10–15.
- [111] H. Aydın, A. Bayram, Ş. Topçu «Friction Characteristics of Nitrided Layers on AISI 430 Ferritic Stainless Steel Obtained by Various Nitriding Processes». *Materials Science (MEDŽIAGOTYRA)* 19 (2013) 19–24.
- [112] H. Shibata, K. Tokaj, T. Ogawa, C Hori «The effect of gas nitriding on fatigue behaviour in titanium alloys». *Fatigue* 16 (1994) 370–376.
- [113] S. D. Oliveira, A.P. Tschiptschin b, C. E. Pinedo «Simultaneous plasma nitriding and ageing treatments of precipitation hardenable plastic mould steel». *Materials and Design* 28 (2007) 1714–1718.

- [114] F. Ashrafizadeh «Influence of plasma and gas nitriding on fatigue resistance of plain carbon (Ck45) steel». Surf. Coat. Tech 173 (2003) 1196–1200.
- [115] R. Leveque « Guide pour le traitement thermique des aciers à outils ». Technique de l'ingénieur M4 (2000).
- [116] H.Michel, M.Gantois « Mécanismes de la nitruration des alliages ferreux et perspectives d'évolution des procédés de traitement ». Journées ATTT (1993).
- [117] L. Barralier «Etude de la modélisation des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées». E.N.S.A.M. D.E.A mécanique et matériaux (1989).
- [118] M.B. Karamış, A.M. Staines «An evaluation of the response of 722M24 steel to high-temperature plasmanitriding treatments». Heat Treat Met 3 (1989)79–82.
- [119] S. Yildiz Sirin, E. Kaluc « Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 4340 steel». Materials Characterization 59 (2008) 351–358.
- [120] M.B. Karamış «Friction and wear behaviour of plasma-nitrided layers on 3%Cr–Mo steel». Thin Solid Films 203 (1991)49–60.
- [121] A.Alsaran, M. Karakan, A. Çelik «The investigation of mechanical properties of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel». Mater Charact 48 (2002)323–327.
- [122] S. Jegou «Influence des elements d'alliage sur la genese des contraintes residuelles d'aciers nitrures». Thèse de doctorat ENSAM, Cluny, France (2009).
- [123] N. Krishnara, P. Srinivasan, K.J.L. Iyer, S. Sundaresan «Optimization of compound layer thickness for wear resistance of nitrocarburized H11 steels» Wear 215 (1998) 123-130.
- [124] A. Alsaran, A. Çelik «Structural characterization of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel». Mater Charact 47 (2001) 207–213.
- [125] S. Kikuchi et all «Increasing Surface Hardness of AISI 1045 Steel by AIH-FPP/Plasma Nitriding Treatment». Materials Transactions 54 (2013)344–349.
- [126] D.C. Wen «Plasma nitriding of plastic mold steel to increase wear- and corrosion properties». Surf. Coat. Tech 204 (2009) 511–519.
- [127] M. Zlatanovic, N. Popovic, Z .Bogdanov «Formation of magnetite over layer on nitrocarburized low-alloy steel by plasma postoxidation». Surf. Coat. Tech 188 (2004) 307-313.
- [128] B.F. Coll, P. Sathrum, R. Fontana, J.P. Peyre, D. Duchateau, M. Benmalek «Optimization of arc evaporated (Ti,Al)N film composition for cutting tool applications ». Surf. Coat. Tech 52 (1992) 57-64.
- [129] L. Avril «Elaboration de revêtements sur acier inoxydable simulation de la fusion par irradiation laser caractérisation structurale, mécanique et tribologique». Thèse de doctorat l'école nationale supérieure d'arts et métiers Angers France (2003).

- [130] Y.H. Qiang, S.R. Ge, Q.J. Xue «Microstructure and tribological behaviour of nitrocarburizing quenching duplex treated steel». *Tribology International* 32 (1999)131-136.
- [131] E. Rolinski, A. Konieczny, G.Sharp «Nature of surface changes in stamping tools of gray and ductile cast iron during gas and plasma nitrocarburizing». *Journal of Materials Engineering and Performance* 18 (2009) 1052-1059.
- [132] M. Cartier, H. Groupe «Guide d'emploi des traitements de surfaces appliquées aux problèmes de frottement». Broché (2000).

Résumé

L'objectif de notre étude repose sur le comportement mécanique de la nuance d'acier 42CrMo4 avant et après nitruration en bain de sel. Cette nuance est destinée à la fabrication des pièces mécaniques fortement sollicitées en fatigue utilisés en aéronautique et des outils de coupe. En effet, l'augmentation du pourcentage d'azote et de carbone conduit à la formation d'une couche de combinaison, augmente d'une façon spectaculaire l'épaisseur de la couche de diffusion et améliore les propriétés mécaniques et tribologiques de la pièce traitée. Les propriétés mécaniques, tribologiques et métallographiques des couches nitrurées ont été mises en évidence par les techniques d'investigation telles que : la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la diffraction de rayons X, dureté, résilience, traction, usure et mesure de rugosité.

Mots- clés: 42CrMo4, nitruration, couche de combinaison, couche de diffusion, comportement mécanique, microscopie électronique à balayage.

Abstract

The objective of our study focuses on the mechanical behavior of the 42CrMo4 steel after and before the salt bath nitriding. This steel used for mechanical pieces greatly solicited in fatigue used in aeronautics and the manufacture of the cut tools. Indeed, the increasing the percentage of the nitrogen and carbone conducted to the formation of a compound layer, increase a spectacular way the thickness of the diffusion layer and improve the mechanical and tribological properties of the piece treated. The mechanical, tribological and metallographic properties of the nitrided layers have been highlighted by investigative techniques such as: the optical microscopy, the scanning electron microscopy, X-ray diffraction, hardness, resilience, traction, wear and roughness measurement.

Keywords: 42CrMo4, nitriding; compound layer, diffusion layer; mechanical behavior, scanning electron microscopy.

المخلص

يرتكز هدف دراستنا على السلوك الميكانيكي للصلب (42 كروم موليبدين 4) قبل وبعد عملية نتردة حمام الملح. هذا الصلب يستخدم في تصنيع القطع الميكانيكية شديدة الإجهاد المستخدمة في الطيران وأدوات القطع. في الواقع، تؤدي زيادة نسبة النيتروجين والكربون إلى تشكيل طبقة الجمع، وتزيد بشكل كبير من سمك طبقة النشر وتحسن الخصائص الميكانيكية والتريبولوجية للقطع المعالجة. يتم فحص الخصائص الميكانيكية، التريبولوجية و الميتالغرافيك لطبقات النتريد بواسطة تقنيات التحقق مثل: المجهر الضوئي، المجهر الإلكتروني الماسح، حيود الأشعة السينية، الصلابة، المرونة، الشد، الاهتراء وقياس الخشونة.

الكلمات المفتاحية: 42 كروم موليبدين 4، النتردة، طبقة الجمع، طبقة النشر، السلوك الميكانيكي، المجهر الإلكتروني الماسح.