
Université ABBES LAGHROUR Khenchela



جامعة عباس لغرور خنشلة
Faculté de Sciences et Technologie
كلية العلوم و التكنولوجيا
Département de Génie Mécanique
قسم الهندسة الميكانيكية



Mémoire

de fin d'études Pour l'obtention du diplôme
MASTER (LMD)

Spécialité : Génie Mécanique
Option : Génie des Matériaux

Thème

***Etude du comportement structural
mécanique et tribologique des aciers
nitrurés de type (42CrMo4)***

Réalisé par :

- Hammadi Djamel
- Hamadi Hatem

Dirigé par : Pr. Djebaili Hamid

Membres de jury :

- M. Chermim B Président
- M. Saoudi A Examineur

Année universitaire : 2018-2019

REMERCIEMENTS

*Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce Modeste travail. En second lieu, nous tenons à remercier notre encadreur Mr : **Djebaili Hamid** professeur a l'université de kenchela son précieux conseil et son aide durant toute la période du travail. Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail, et de l'enrichir par leurs propositions. Nous tenons à exprimer nos sincères remerciements à tous les professeurs qui nous ont enseigné et qui par leurs compétences nous ont soutenu dans la poursuite de nos études.*

Enfin, nous tenons également à remercier tous le personnel de l'entreprise Tracteur Agricole (ETRAG) Constantine qui nous aidé à fournir des échantillons et les traitements (thermique et thermochimique).

Dédicace

Je dédie le fruit de ce travail à :

Mes parant, Mes frères et Mes sœurs ;

Ma femme qui m'avoit encouragé à la poursuite de mes études, et entreprendre ce projet ;

Tous nos proches et amis, qui nous ont toujours encouragées au cours de la réalisation de ce mémoire ;

Mes collègues de travail ;

Tout le groupe de génie des matériaux 2018-2019.

Hammadi Djamel

Dédicace

Je dédie le fruit de ce travail à :

Mes parant, Mes frères et Mes sœurs ;

Tous nos proches et amis, qui nous ont toujours encouragées au cours de la réalisation de ce mémoire ;

Mes collègues de travail ;

Tout le groupe de génie des matériaux 2018-2019.

Hamadi Hatem

Liste des notations

Liste des figures

Liste des tableaux

| | |
|--|----|
| Introduction générale..... | 1 |
| Chapitre I : Aspects métallurgiques et comportement mécanique et tribologique des aciers thermochimiquement traités par nitruration | |
| I.1.Introduction..... | 2 |
| I.2.Procédés de nitruration..... | 2 |
| I.3. Principe de nitruration..... | 2 |
| I.4. Les modes de nitruration..... | 3 |
| I.4.1. La nitruration en bain de sel..... | 3 |
| I.4.1.1. Avantages de la nitruration en bain de sel..... | 4 |
| I.4.1.2. Applications de la nitruration en bain de sel..... | 4 |
| I.4.2. La nitruration gazeuse..... | 5 |
| I.4.2.1. Avantages de la nitruration gazeuse..... | 6 |
| I.4.2.2. Applications de la nitruration gazeuse..... | 6 |
| I.4.3. La nitruration ionique (plasma)..... | 7 |
| I.4.3.1. Avantages de la nitruration ionique..... | 8 |
| I.4.3.2. Applications de la nitruration ionique..... | 8 |
| I.5. Autres techniques de nitruration..... | 9 |
| I.6. Comparaison des divers procédés..... | 10 |
| I.7.Aciers pour nitruration..... | 11 |
| I.7.1. Influence des éléments d’alliage..... | 12 |
| I.7.2. Nuances d’aciers de nitruration..... | 14 |
| a) Aciers Cr Al Mo..... | 14 |
| b) Aciers Cr Mo – Cr Mo V..... | 14 |
| c) Aciers de construction nitrurables..... | 14 |
| d) Aciers en développement..... | 14 |
| I.8.Microstructure d’une surface nitrurée..... | 15 |
| I.9. Couche de combinaison ou couche blanche..... | 15 |
| I.10. Mécanismes de formation des couches nitrurées..... | 16 |
| I.10.1. Diagramme binaire fer-azote..... | 16 |
| I.10.2. Diagramme ternaire fer-azote-carbone..... | 18 |
| I.11. Structure des couches nitrurées..... | 18 |
| I.11.1. Couches de combinaison | 18 |

| | |
|--|----|
| I.11.1.1. Le nitrure Fe ₄ N..... | 19 |
| I.11.1.2. Le nitrure Fe ₂₋₃ N..... | 19 |
| I.11.2. Couche de diffusion..... | 21 |
| I.11.3. Diffusion dans les aciers et formation de précipités..... | 21 |
| I.11.3.1. Précipitation..... | 22 |
| I.11.3.1.1. Carbures..... | 22 |
| I.11.3.1.2. Nitrures..... | 23 |
| a)-Nitrure de chrome..... | 24 |
| b)-Nitrure d'aluminium..... | 24 |
| I.12. Dureté..... | 26 |
| I.13. Contraintes résiduelles dans le cas d'une couche nitrurée..... | 27 |
| I.14. Comportement en traction..... | 28 |
| I.15. Comportement en fatigue..... | 29 |
| Sollicitations en flexion rotative..... | 29 |
| I.16. Frottement..... | 31 |

Chapitre II : Matériau et Techniques Expérimentale

| | |
|--|----|
| II.1. Introduction..... | 33 |
| II.2. Matériau étudié..... | 33 |
| II.2.1. Equivalences..... | 33 |
| II.2.2. Caractéristiques de la nuance..... | 33 |
| II.2.3. Caractéristiques mécaniques moyennes (état trempé et revenu) | 34 |
| II.2.4. Diagrammes TTT et TRC..... | 34 |
| II.2.5. Analyse chimique | 35 |
| II.2.5.1. Définition | 35 |
| II.2.5.2. Dimensions..... | 35 |
| II.2.5.3. Analyse chimique de l'acier 42CrMo4..... | 36 |
| II.3. Traitement de pré-nituration..... | 37 |
| II.3.1. Traitement de trempé..... | 37 |
| II.3.2. Traitement de revenu..... | 37 |
| II.3.3. Les caractéristiques techniques des fours de traitements thermiques..... | 38 |
| II.4. Traitement de nituration..... | 39 |
| II.4.1. Préchauffage..... | 39 |
| II.4.2. Bain de sel | 40 |
| II.4.3. Refroidissement et lavage..... | 42 |

| | |
|---|----|
| II.5.Caractérisation structurale..... | 42 |
| II.5.1.Préparation des échantillons..... | 42 |
| II.5.2.Le polissage..... | 43 |
| II.5.3.L'attaque chimique..... | 43 |
| II.5.4.Microscopie optique..... | 44 |
| II.5.5.Microscopie Electronique à Balayage (MEB) | 44 |
| II.5.6.La diffraction des rayons X (DRX)..... | 45 |
| II.6.Caractérisation mécanique..... | 46 |
| II.6.1. Microdureté Vickers..... | 46 |
| II.6.2. Essai de traction..... | 48 |
| II.6.3. Essai de Résilience..... | 49 |
| II.6.4. Tests tribologiques..... | 50 |
| Chapitre .III : Résultats et Interprétations | |
| III.1.Introduction | 53 |
| III.2. Structure métallographique..... | 53 |
| III.2.1. Microstructure des couches après trempe et revenu | 53 |
| III.2.2. Microstructure des couches nitrurées..... | 54 |
| III.2.3. Influence du temps sur la cinétique de croissance de couche de combinaison..... | 55 |
| III.2.4.Inflience du temps de nitruration sur l'épaisseur et la couche de combinaison..... | 57 |
| III.3. Microdureté Vickers..... | 58 |
| III.3.1. Micro dureté Vickers avant nitruration de l'acier42CrMo4..... | 58 |
| III.3.1.1. Micro dureté Vickers à la surface | 58 |
| III.3.1. 2. Profils de Microdureté des échantillons non nitrurés de la surface vers le cœur..... | 59 |
| III.3.2. Microdureté Vickers après nitruration de l'acier 42CrMo4..... | 61 |
| III.3.2.1. Microdureté Vickers à la surface | 61 |
| III.3.2.2. Profils de Microdureté des échantillons nitrurés de la surface vers le cœur..... | 62 |
| III.3.3. Influence du temps de nitruration sur la Micro dureté Vickers à la surface vers la profondeur | 63 |

Table des matières

| | |
|--|----|
| III.4. Résultats des essais de traction..... | 65 |
| III.4.1. Courbes de traction..... | 65 |
| III.5. Résultats des essais de résilience..... | 66 |
| III.6. Tribologie..... | 67 |
| III.6.1. Essais de frottement..... | 67 |
| III.6.2. Essais d'usure..... | 69 |
| | |
| *Conclusion General..... | 72 |

* Références

Liste des notations

| | |
|------------------------|---|
| PVD | Dépôt Physique en Phase Vapeur |
| CVD | Dépôt Chimique en Phase Vapeur |
| VP | Le potentiel plasma |
| VF | Le potentiel flottant |
| Pm3m | Structure cubique primitive interpénétrée |
| P63/mmc | Système hexagonal |
| KN | Energie de Nitruration |
| M | Coefficient de frottement |
| F_f | Force de frottement |
| k_u | Taux d'usure |
| F_n | Force normale |
| V_u | Le volume d'usure |
| D_g | La distance de glissement |
| σ_D | Limite d'endurance de l'acier nitruré |
| σ_{lim} | Limite d'endurance en fatigue du matériau nitruré |
| γ | Le nitruure Fe_4N |
| ε | Le nitruure $Fe_{2-3}N$ |
| λ | La longueur d'onde du faisceau incident. |
| D | Le diamètre de l'échantillon |
| Δ | L'épaisseur de la couche durcie |
| σ_h | La contrainte appliquée à l'interface cœur |
| d θ | La distance interréticulaire entre les plans diffractant. |
| N | L'ordre de la diffraction |

| | |
|---|-----------|
| Figure II.2. Diagramme TTT de l'acier 42CD4..... | 35 |
| Figure II.3. SOLARIS CCD PLUS (ETRAG-Constantine)..... | 35 |
| Figure II.4. Analyse chimique de la nuance 42CrMo4 (ETRAG-Constantine)..... | 36 |
| Figure II.5. Lectures pour l'analyse chimique de l'acier 42CrMo4..... | 36 |
| Figure II.6. Four électrique de trempe (ETRAG-Constantine)..... | 37 |
| Figure II.7. Bain d'huile (ETRAG-Constantine)..... | 37 |
| Figure II.8. Cycle du traitement thermique de trempe..... | 37 |
| Figure II.9. Four électrique de revenu (ETRAG-Constantine)..... | 38 |
| Figure II.10. Cycle du traitement d'amélioration (trempe + revenu) | 38 |
| Figure II .11. Four de préchauffe (ETRAG-Constantine)..... | 39 |
| Figure II.12. Bain de four DEGUSSA (ETRAG-Constantine)..... | 40 |
| Figure II.13. Les produits chimiques utilisés dans le bain (ETRAG-Constantine)..... | 40 |
| Figure II.14. Cycle de traitement thermique de nitruration..... | 42 |
| Figure II.15. Bain de nettoyage d'eau alcaline (ETRAG-Constantine)..... | 42 |
| Figure II.16. L'échantillon de 42CrMo4 polis..... | 43 |
| Figure II.17. Machine de polissage avec papier de verre (ETRAG-Constantine)..... | 43 |
| Figure II.18. Schéma de principe de la microscopie électronique à balayage | 45 |
| Figure II.19. Famille de plans cristallins en condition de Bragg..... | 45 |
| Figure. II.20. microduromètre Innovatest microduromètre Innovatest | 47 |
| Figure II.21. Indentation type Vickers et empreinte type laissée par l'indenteur..... | 47 |
| Figure II.22. Pièce fabriquée par usinage au niveau de l'entreprise ETRAG-Constantine..... | 48 |
| Figure II.23. Représentation dimensionnelle des éprouvettes utilisées..... | 48 |

| | |
|---|-----------|
| Figure II.24. Représentation d'une courbe de traction..... | 49 |
| Figure II.25. Géométrie des éprouvettes de résilience..... | 50 |
| Figure II.26. Éprouvettes de résilience..... | 50 |
| Figure II.27. Tribomètre (Bille-Disque /Pion-Disque)..... | 51 |
| Figure II.28. Schéma de principe de l'essai d'usure par frottement | 51 |

Chapitre III : Résultats et Interprétations

| | |
|---|-----------|
| Figure III.1. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration et après trempe et revenue..... | 53 |
| Figure III.2. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en ban de sel à 580°C durant 15h..... | 53 |
| Figure III.3. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 nitrurée à 580°C pendant 15h (coupe transversale)..... | 54 |
| Figure III.4. Micrographie de l'évolution de la couche en fonction du temps de nitruration de l'acier 42CrMo4 pendant 10h..... | 55 |
| Figure III.5. Micrographie de l'évolution de la couche en fonction du temps de nitruration de l'acier 42CrMo4 pendant 15h..... | 55 |
| Figure III.6. Micrographie de l'évolution de la couche en fonction du temps de nitruration de l'acier 42CrMo4 pendant 20h..... | 55 |
| Figure III.7. Diffractogramme DRX d'échantillons nitrurés à 580°C pendant 10h..... | 56 |
| Figure III.8. Variation de l'épaisseur de la couche de combinaison en fonction du temps à 580°C..... | 56 |
| Figure III.9. Courbe de micro dureté à la surface pour trois éprouvettes avant la nitruration..... | 58 |
| Figure III.10. Les empreintes superficielles d'indentation de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration..... | 58 |

| | |
|---|-----------|
| Figure III.11. Courbe de micro dureté à la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 avant nitration..... | 59 |
| Figure III.12. Les empreintes d'indentation de la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 avant la nitration..... | 59 |
| Figure III.13. Courbe de dureté à la surface pour trois éprouvettes après la nitration à 580 °C durant 15h..... | 60 |
| Figure III.14. Empreintes superficielles d'indentation de l'acier 42CrMo4 après nitration à 580°C pendant 15 h..... | 60 |
| Figure III.15. Les empreintes d'indentation de la surface vers le cœur de l'acier 4CrMo4 après nitration..... | 61 |
| Figure III.16. Courbe de micro dureté à la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 après la nitration..... | 62 |
| Figure III.17. Profils de micro dureté des pièces niturées pendant 10h jusqu'à 20h à 580°C en fonction de la profondeur..... | 63 |
| Figure III.18. Profils de micro dureté des pièces niturées en fonction du temps à 580°C..... | 63 |
| Figure III.19. Courbes conventionnelles de traction de L'acier 42CrMo4 avant et après nitration..... | 64 |
| Figure III.20. Résultants des essais de résilience à entaille (V)..... | 66 |
| Figure III.21. Coefficient de frottement en fonction du temps pour l'acier 42CrMo4 avant et après nitration à 580°C pendant 20h..... | 67 |
| Figure III.22. Perte en masse en fonction de parcoure avant et après nitration..... | 68 |
| Figure III.23. Perte en masse en fonction du temps avant et après nitration..... | 69 |
| Figure III.24. Histogramme comparatif des coefficients d'usure avant et après nitration..... | 70 |

**CHAPITRE I : Aspects métallurgiques et comportement mécanique et tribologique
des aciers thermochimiquement traités par nitruration**

Tableau I.1. Eléments de comparaison des procédés de nitruration.....**10**

Tableau I.2. Caractéristiques cristallographiques des phases du système fer-azote.....**17**

Chapitre II : Matériau et Techniques Expérimentales

Tableau II.1. Correspondance avec les autres normes.....**33**

Tableau II.2. Composition chimique (en% massique) de l'acier 42CrMo4.....**36**

Tableau II.3. Les caractéristiques techniques des fours de traitement thermique.....**38**

Chapitre III : Résultats et Interprétations

Tableau III.1. Résultats de micro dureté Vickers de la surface vers le cœur après nitruration.....**61**

Tableau III.2. Propriétés mécaniques de l'acier brut et nitruré.....**64**

Tableau III.3. Résultats des essais de résilience (KV) en entaille (V) avant et après nitruration.....**65**

Tableau III.4. Les valeurs du coefficient de frottement avant et après nitruration.....**67**

Tableau III.5. Coefficient d'usure k_u**69**

Introduction générale

De nos jours, la plupart des innovations industrielles rencontrent des problèmes au cours de leurs applications. En particulier, les pièces métalliques sont soumises à des sollicitations mécaniques et environnementales de plus en plus drastiques et sévères. De plus, les normes 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 dans le même temps posséder une bonne propriété tribologiques.

Les traitements superficiels représentent un ensemble de méthodes efficaces mettant en œuvre des réactions hétérogènes gaz/solide ou liquide/solide généralement sur des alliages ferreux et permettent d'améliorer leurs propriétés de surface :

En effet, il est possible d'en modifier la composition chimique superficielle par diffusion d'un ou plusieurs éléments extérieurs. On obtient ainsi après traitement un gradient de dureté à partir de la surface accompagné d'une augmentation de la résistance à l'usure et à la fatigue par élévation des caractéristiques mécaniques superficielles.

La nitruration en bain de sel représente une des plus importantes techniques de traitements de surface. Elle permet d'introduire à la surface du matériau étudié de l'azote et du carbone. Les températures de traitement sont généralement comprises entre 500 et 600 °C. Cette dernière permet non seulement de réduire le coût, mais aussi, de traiter un vaste éventail de composants d'ingénierie.

Notre objectif est d'étudier les comportements mécaniques des aciers nitrurés. Pour ce fait, nous avons choisi un acier faiblement allié (la nuance 42CrMo4) largement utilisé dans l'industrie automobile, l'aéronautique et aussi dans la fabrication des outils.

Ce travail s'articule sur trois chapitres qui se résument ainsi :

Le premier sera consacré à des notions fondamentales des traitements thermochimiques par nitruration, des différents procédés des traitements de nitruration ainsi que les aspects métallurgiques des aciers nitrurés : microstructure d'une surface nitrurée, mécanismes de formation des couches nitrurées, structure des couches nitrurés.

Le deuxième chapitre sera consacré à la présentation du matériau étudié, à la description des traitements appliqués et aux procédures expérimentales utilisées pour les caractérisations microstructurales ainsi que les essais mécanique (essais de dureté et microdureté, essais de traction, essais de résilience, essais de tribologie).

Et enfin, le troisième et dernier chapitre présente l'ensemble des résultats obtenus accompagnés de leurs interprétations.

CHAPITRE I : Aspects métallurgiques et comportement mécanique et tribologique des aciers thermochimiquement traités 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. 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.

I.2. Procédés de nitruration

La nitruration est de plus en plus utilisée pour des applications industrielles. 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.

Les procédés les plus couramment utilisés sont la nitruration en bain de sel, la nitruration gazeuse et la nitruration ionique [1].

I.3. Principe de nitruration

La nitruration est un traitement thermochimique de durcissement superficiel d'aciers utilisé pour produire un composé. Il en résulte un véritable matériau composite dont la structure macroscopiquement hétérogène présente une âme résiliente et une zone superficielle de dureté moyennement élevée avec augmentation simultanée de la résistance à la corrosion, à

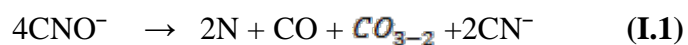
l'usure, à l'abrasion et à la fatigue [2]. De manière générale le traitement de nitruration consiste à plonger les pièces dans un milieu susceptible de céder de l'azote à la surface, à une température comprise entre 300 et 580°C, où l'azote peut diffuser de la surface vers le cœur de la pièce [3].

I.4. Les modes de nitruration

Les différents processus de nitruration peuvent être principalement différenciés selon leur source de nitrogène et alimentation en énergie. On distingue trois types de nitruration suivant l'état du milieu nitruré : la nitruration en bain de sel, la nitruration gazeuse et la nitruration ionique [2].

I.4.1. La nitruration en bain de sel

Cette technologie est basée sur l'utilisation de bains de sels fondus à base de cyanates alcalins (Figure I.1) et (Figure I.2). Ces procédés connus sous le nom de SURSULF, TENIFER sont à l'heure actuelle avantageusement remplacés, avec certaines réserves, par des procédés de nitrocarburation en phase gazeuse ou assistés par plasma [4,5]. L'élément actif (nitrurant) est le cyanate qui se décompose suivant une double réaction :



Par l'insufflation de l'air, ces réactions peuvent être activées. Il est possible de former des couches de combinaison épaisses avec des propriétés tribologiques intéressantes, mais souvent la zone de diffusion reste faible et la température élevée ne permet pas d'obtenir des valeurs de contraintes importantes [6].

La nitruration en bain de sels conduit à des traitements très courts, avec présence systématique d'une couche de combinaison microscopique d'épaisseur 10 à 20 μm composée principalement de nitrures ϵ (Fe_{2-3}N) avec présence d'oxydes superficiels liés au brassage des bains par l'air, dans le cas des métaux ferreux. En effet, en fin de cycle de nitruration par maintien dans le milieu oxydant à une température voisine de 450 °C se développent une fine couche de conversion des nitrures en oxydes noirs Fe_3O_4 . Cette couche contribue à une amélioration de la tenue à la corrosion qui peut atteindre 450 à 600 heures au brouillard salin sur des couches exemptes de microporosités. Lors de ce traitement, une proportion de porosité de 30 à 50 % (absence totale de porosité est difficile à accomplir) est observée à la surface en contact avec des sels avec une zone de diffusion compacte dans la partie adjacente. Leur présence n'est pas nécessairement un inconvénient

car elles favorisent la sustentation du film d'huile en frottement lubrifié et facilitent ainsi le rodage. Cependant, C. Leroux et al [7] ont confirmé qu'une proportion trop importante, réduit la résistance à l'usure et rend la couche fragile. L'effet néfaste de la présence de ces microporosités peut être annulé par imprégnation des surfaces à l'aide de produits organiques polymérisant à froid [8].



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



Figure I.2. Produits pour le
bain de sel

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

Le but principal de nitruration en bain de sel, est d'améliorer les caractéristiques de résistance au frottement, et la résistance à l'usure adhésive. La couche de combinaison présente une amélioration significative de la résistance à l'usure adhésive. L'introduction de l'azote dans la zone diffusée permet une amélioration des propriétés de fatigue [9].

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

Les procédés de traitements thermochimiques appliqués en bain de sels sont recommandés pour toutes pièces mécaniques sollicitées en fatigue, et devant résister à l'usure et à la corrosion. La nitruration en bain de sel est appliquée à un vaste éventail de composants, tel que les engrenages destinés à l'industrie textile (Figure I.3), [9, 10,11].

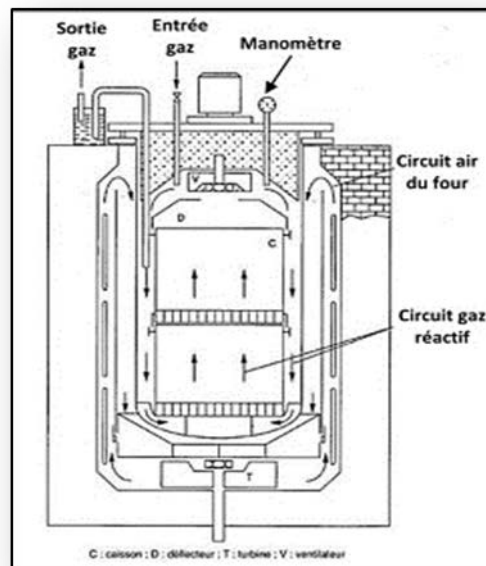


Figure I.4. Four vertical de nitruration [14,16].

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 la couche nitrurée, qui réalisent un ajustement des différentes propriétés des pièces traitées, permettent à la nitruration gazeuse d'être utilisée pour un large champ d'applications [17].

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.5). 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. Une application à basse température est la nitruration des aciers à ressorts afin de prolonger l'endurance des ressorts utilisés dans l'industrie 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 (plasma), peut être prise en considération. La nitruration gazeuse des aciers frittés à faible densité n'est pas recommandée. Pour des résultats optimaux, le matériau doit être pré-traité (trempe et revenu) avant la nitruration gazeuse [17].



Figure I.5.Types de pièces traitées par la nitruration gazeuse [18]

I.4.3. La nitruration ionique (plasma)

Dans une enceinte contenant un mélange gazeux à base d'azote sous une pression de 0.1 à 10 mbar, on applique une tension continue, comprise entre 300 et 1300V, entre deux électrodes. L'échantillon à traiter fait office de cathode et les parois de la cuve d'anode. Le courant et la tension sont choisis de manière à provoquer une décharge luminescente, qui conditionne le départ et l'accélération des électrons libres de l'échantillon métallique vers les surfaces anodiques du four (Figure I.6). Lorsque ces électrons entrent en collision avec les molécules de gaz proches de la surface de l'échantillon, celles-ci s'ionisent, c'est à dire qu'elles libèrent un ou plusieurs électrons de valence qui peuvent percuter d'autres molécules de gaz et libérer ainsi d'autres électrons. De plus, le champ électrique au voisinage de la cathode et de l'anode est suffisamment élevé pour provoquer aussi l'ionisation des atomes de l'atmosphère gazeuse. L'ensemble des particules ionisées constitue ainsi le plasma dans lequel les ions négatifs formés sont attirés par l'anode tandis que les ions positifs sont attirés par la cathode. C'est le cas des ions d'azote qui, positifs, sont attirés par la pièce à traiter. L'interaction entre les ions d'azote et la matière conduit alors par un processus d'absorption et suivant les paramètres de traitement, à la formation de nitrures et à la diffusion d'azote atomique à travers la section de la pièce [19].



Figure I.6. Four de nitruration ionique ETRAG-Constantine

I.4.3.1. Avantages de la nitruration ionique

Les avantages des processus de nitruration gazeuse peuvent être améliorés par la nitruration ionique (plasma). Particulièrement lorsqu'elle est appliquée aux aciers plus fortement alliés, la nitruration ionique (plasma) 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 (plasma) est un choix intelligent lorsque les pièces doivent avoir des zones nitrurées et douces. La possibilité de produire une couche de diffusion sans couche de combinaison est souvent utilisée dans la nitruration ionique (plasma) avant un revêtement PVD ou CVD. Des couches et des courbes de dureté sur mesure peuvent être obtenues [17].

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.7). La nitruration et la nitrocarburation ionique (plasma) sont souvent préférées aux processus de gaz correspondants si un masquage est nécessaire. La nitruration ionique (plasma) 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 si des températures basses sont appliquées. Les applications spéciales sont la nitruration ionique (plasma) des alliages de titane et d'aluminium. Pour les charges lourdes sur des pièces de machine de grande taille, tel que les arbres et les broches, l'utilisation d'aciers spéciaux de nitruration avec alliage d'aluminium et chrome est très efficace, car la nitruration ionique (plasma) produit une dureté de surface de plus de 1000 HV [17].



Figure I.7. Types de pièces traitées par la nitruration ionique.
ETRAG-Constantine

I.5. Autres techniques de nitruration

La nitruration dans le réacteur URANOS (Unité de Réaction Assistée par plasma pour la Nitruration et l'Oxydation des Surfaces) est différente de la nitruration ionique, la principale différence est le mode de création du plasma. Dans notre cas le plasma est déporté, c'est à dire qu'il est dissocié des échantillons. Il est créé par l'intermédiaire d'un champ radio fréquence (13,56 MHz). Une onde électromagnétique se propage à l'intérieur du tube de quartz et ionise le gaz présent dans l'enceinte, le plasma diffuse ensuite dans le tube de quartz et enveloppe les échantillons. On n'a donc aucune polarisation sur l'échantillon, on dit qu'il est alors au potentiel flottant. Aucun courant ne pouvant parcourir l'échantillon, son potentiel se met à l'équilibre par rapport au potentiel plasma (VP) de façon à repousser le flux des électrons. Le potentiel flottant (VF) est tel que, $VP - VF \approx 5 \text{ eV}$ il attire donc les ions positifs en leur communiquant une énergie d'environ de 15 eV. Cette énergie est bien inférieure au seuil de pulvérisation de la plupart des matériaux. Aucune pulvérisation de la surface ne peut donc se produire pendant le traitement.

Les espèces actives du plasma neutre (molécules, radicaux) et excité (ions) réagissent avec la surface et diffusent en profondeur dans le matériau sous l'effet de la température. Les traitements dans ce réacteur se déroulent entre 0,1 et 10 Pa, on parle de nitruration basse pression. Outre la composition initiale de l'acier, les paramètres de nitruration comme la nature et la composition du gaz réactif, la température et la durée du traitement influent sur la morphologie et sur l'étendue des couches nitrurées [1].

I.6. Comparaison des divers procédés

D'un point de vue technique on pourra utiliser pour comparer les divers procédés vis-à-vis d'une utilisation, 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. On a illustré quelques caractéristiques propres à chaque famille de procédés de traitement [3].

Tableau I.1. Eléments de comparaison des procédés de nitruration [3,20].

| 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, composition, atm) | Réglable en f (T, t, composition, atm) | Réglable en f (t) |

| | | | |
|---------------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|---|
| Profondeur de Diffusion | Non limitée f (T, t, acier) | Non limitée f (T, t, 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 |

I.7. Aciers pour nitruration

Le traitement de nitruration conduit à l'établissement d'une couche durcie dans la zone superficielle des pièces les rendant plus aptes à résister à l'usure. La stabilité thermodynamique des nitrures formés au cours de la nitruration accroît sensiblement la résistance des pièces à la corrosion. Conjointement au durcissement, il s'établit dans la zone superficielle un champ de contrainte résiduelle de compression dont l'effet bénéfique sur la résistance à la fatigue est remarquable. Dureté et contraintes résiduelles sont étroitement liées aux conditions de traitements, à la composition chimique et à la microstructure initiale des pièces [21].

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...) [9].

I.7.1. Influence des éléments d'alliage

L'action des éléments d'addition sur les caractéristiques des aciers dépend essentiellement de deux facteurs :

- Le premier facteur est le type de modification qu'ils apportent de stabilité de l'austénite. Certains éléments, appelés gammagènes tels que le nickel et le manganèse, élargissent le domaine de stabilité de l'austénite et abaissent les températures de transformation. On peut donc obtenir des structures austénitiques. D'autres éléments, dits alphagènes comme le silicium, le chrome et le molybdène rétrécissent le domaine de stabilité de l'austénite et élèvent les températures de transformation.

- Le deuxième facteur est la tendance des éléments à se substituer en partie aux atomes de fer de la cémentite Fe_3C , ou à former des carbures. Par ordre d'affinité avec le C : Cr, W, Mo, V, Ti, Nb. Le Si et le Ni qui ne forment pas des carbures se retrouvent en solution dans la ferrite. Les éléments les plus fréquemment incorporés sont (outre le silicium et le manganèse, le nickel et le chrome), le molybdène, le tungstène et le vanadium, puis, moins fréquemment, l'aluminium, le titane, le niobium. Le cobalt, le cuivre, le bore, le soufre, le phosphore, l'azote répondent aussi à certains buts particuliers.

Selon le pourcentage, chaque élément confère à l'acier des propriétés spécifiques déterminées. En présence de plusieurs éléments, une description des principales influences sur l'acier par des éléments d'alliage et des impuretés [2, 3,16].

- **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 [22].

- **Molybdène** : Le molybdène extrait de la mine est associé à un autre métal pour le rendre plus solide ou plus légère. Il est associé à d'autres aciers pour forme des électrodes et catalyseurs. Avec des isotopes le molybdène peuvent avoir des effets radioactifs. 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 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.
- **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.
- **Silicium** : Le silicium est un élément alpha gène et un désoxydant, permet également d'améliorer la trempabilité de l'alliage et accroît la résistance à l'usure abrasive. La trempabilité est l'aptitude d'un acier à se transformer en martensite dans la masse d'une pièce. Grâce à cette propriété, on peut augmenter la dureté après traitement thermique d'un acier. Il faut toutefois garder à l'esprit qu'une augmentation de dureté se fait très souvent au détriment de la ductilité. Il améliore la résistance à l'oxydation des aciers au chrome [23].
- **Manganèse** : Le manganèse est un élément désoxydant et désulfurisant, tout comme le silicium, il augmente la trempabilité d'un acier et élève à la fois la limite d'élasticité et la ténacité. L'apport de manganèse fait décroître la conductivité thermique de l'acier le contenant, ce qui peut être un atout ou une faiblesse en fonction de l'utilisation voulue. Il se combine au soufre.

Divers auteurs [24,25], ont montré l'effet du phosphore sur la morphologie de la phase δ . Elle présente pour les faibles teneurs, des particules fines alignées, de formes irrégulières, comportant de nombreux défauts de structure. Pour les fortes teneurs en phosphore, elle se présente sous forme de lattes. L'effet bénéfique ne serait pas dû à cette morphologie mais plus à un problème de diffusion. Le phosphore ségrège aux joints de grains. Pour les fortes teneurs, la fragilisation est bien connue alors que pour les plus faibles teneurs, la présence de phosphore piège les autres éléments fragilisant, en particulier le niobium et le molybdène et conduit alors à un effet bénéfique [23].

I.7.2. Nuances d'aciers de nitruration

a) Aciers Cr Al Mo : La composition moyenne de ces aciers comporte 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 mm 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. Ils sont utilisés pour des pièces devant présenter une grande résistance à l'usure sans risque de chocs pouvant provoquer des écaillages [3].

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. Nous citerons pour mémoire leur utilisation en aéronautique et en compétition automobile pour la fabrication des pièces fortement sollicitées telles que vilebrequins et pignons [3].

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 les pièces de forge, d'obtenir directement dans la chaude de forge les caractéristiques mécaniques à cœur et la structure apte à la nitruration en supprimant ainsi l'opération de trempé- 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 [9].

I.8. Microstructure d'une surface nitrurée

Quel que soit le procédé de nitruration ainsi que la nuance d'acier utilisée, une surface nitrurée est composée de trois zones distinctes (Figure I.8) qui sont :

- La couche de combinaison aussi appelée « couche blanche » du fait de sa couleur blanche après attaque au Nital 3 % (mélange de 3 % d'acide nitrique avec de l'éthanol). Cette couche présente une épaisseur comprise entre 0 et 50 μm .
- La couche de diffusion, pouvant avoir une épaisseur de 1 mm dans le cas de traitements de nitruration supérieur à 100 h. Au sein de celle-ci l'azote se trouve en solution solide d'insertion dans la matrice ferritique et sous forme de nitrures nanométriques.
- Le matériau à cœur non traité de type trempé revenu [12].

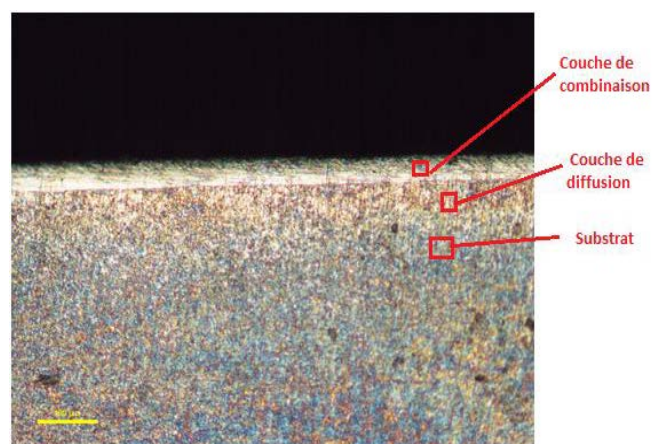


Figure I.8. Image prises au microscope optique sur L'échantillon nitruré [26]

I.9. Couche de combinaison ou couche blanche

Dans le cas des aciers faiblement alliés, seuls les nitrures γ' (Fe_4N) (Figure I.9.a), et ϵ (Fe_{2-3}N) (Figure I.9.b), sont généralement observés bien que Métin [27] ait pu déceler la présence du nitrure (Fe_2N) sur une épaisseur très faible dans le cas de la nitruration du fer pur [19].

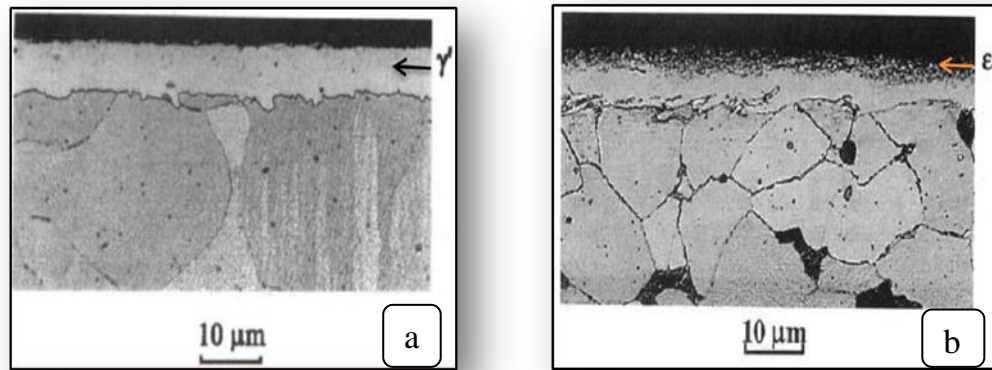


Figure I.9. a) Micrographie du fer nitruré sous plasma [28].
b) Micrographie du fer pur nitruré en bain de sel à 580°C/2h [28]

I.10. Mécanismes de formation des couches nitrurées

I.10.1. Diagramme binaire fer-azote

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. Le diagramme fer azote (Figure I.10) représente les domaines d'existence des phases métallurgiques selon la teneur en azote et la température [3].

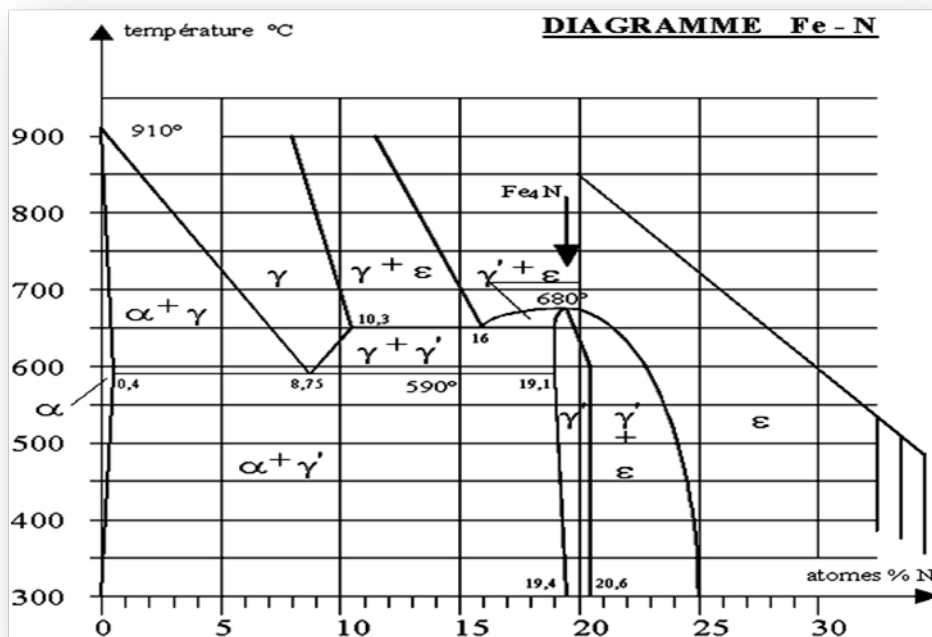


Figure I.10. Diagramme d'équilibre fer-azote [29]

Les caractéristiques cristallographiques des différentes phases de ce diagramme sont regroupées dans le tableau I.2. La limite de solubilité de l'azote dans la ferrite dans l'intervalle de température 400 - 580 °C est très faible (< 0,1 % en masse). Dès que cette limite a été dépassée, il y a formation de nitrures de fer. Pour la nitruration des aciers il faut prendre en compte le diagramme ternaire fer-azote-carbone. Ceci permet de dire que l'azote est très peu soluble dans les carbures de fer, ainsi que dans le nitrure stable Fe_4N (< 0,2 % m) comparée à celle de la phase instable ϵ ($Fe_{2-3}N$) qui est de 3,7 % massique à 580 °C. Cependant, dans les aciers on ajoute des éléments d'alliages pour améliorer certaines propriétés et notamment l'aptitude à la trempe. Dans ce cas la présence d'éléments d'addition vient fortement perturber les domaines d'existence des phases déjà répertoriées et provoque également l'apparition de nouvelles phases. Les éléments d'addition les plus couramment rencontrés sont le chrome, le vanadium, le molybdène, le titane, le manganèse qui sont tous capables de former des carbures, des nitrures, des carbonitrures. Dans les aciers dits de nitruration, les éléments d'addition sont destinés à favoriser la germination et la croissance de précipités de nitrure qui augmentent la dureté du matériau [3].

Tableau I. 2 : Caractéristiques cristallographiques des phases du système fer-azote [3].

| Phases | Structure cristalline | Paramètres cristallins (ηm) | Teneur (% N massique) |
|-------------------------------|-----------------------|---|------------------------------------|
| α ou ferrite à l'azote | C.C | 0,2866 0,2864 (0,11 m. % N) | 0,1 % à 590 °C 0,003 % à 200 °C |
| γ | C.F.C | 0,361(1,42 m. % N) 0,365 (2,76 m. % N) | |
| $\gamma'-Fe_4N$ | C.F.C | 0,3795 | Max 5,75 % Min 5,3 % |
| $\epsilon-Fe_{2-3}N$ | H.C | a = 0,27 c = 0,4371 | Max 10,75 % Min 7,25 % |

I.10.2. 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 I.11, représente la coupe à 565°C du diagramme ternaire fer-azote-carbone. Plusieurs constatations peuvent être faites [30].

- 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, à 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. On a alors une phase appelée carbonitrure ϵ de formule $\text{Fe}_{2-3}(\text{CN})$ [31].

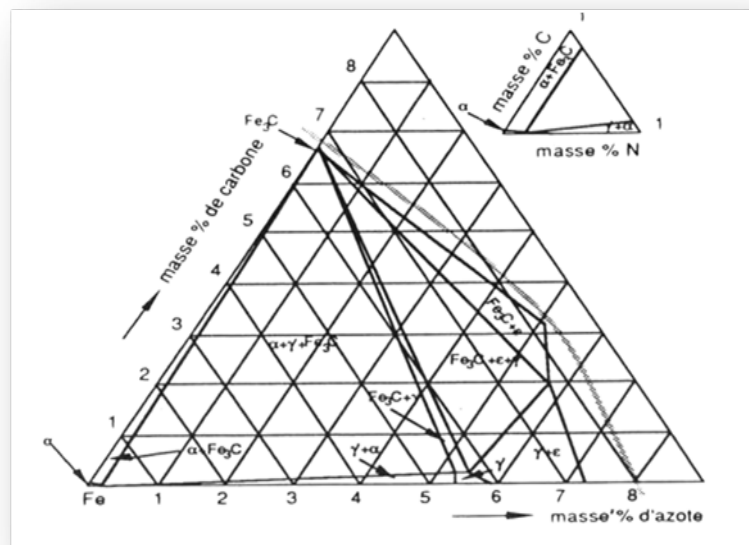


Figure I.11. Diagramme Fer-Carbone-Azote à 570°C [31].

I.11. Structure des couches nitrurées

I.11.1. Couches de combinaison

Les phases majoritaires sont les structures de fer Fe_4N - γ' et Fe_{2-3}N - ϵ

I.11.1.1. Le nitrure Fe_4N

Les phases cristallines se formant pendant le processus de nitruration peuvent être prévues grâce aux diagrammes de phases binaire fer-azote (Figure I.10) et ternaire fer-azote-carbone (Figure I.11). La couche de combinaison est composée des nitrures de fer.

Ce nitrure Fe_4N qui possède une structure de type pérovskite et de groupe d'espace $\text{Pm}\bar{3}\text{m}$ (Figure I.12). Ce nitrure précipite dès les basses températures et possèdent un domaine d'existence allant de 19,3 à 20,3 % atomiques d'azote. Le paramètre de maille de celui-ci évolue entre 0,3791 et 0,3801 \AA [32]. Il possède une très faible affinité pour le carbone, car seulement 0,2 % massique peuvent être dissout dans ce nitrure [33]. De plus, celui-ci améliore la résistance à l'usure [34].

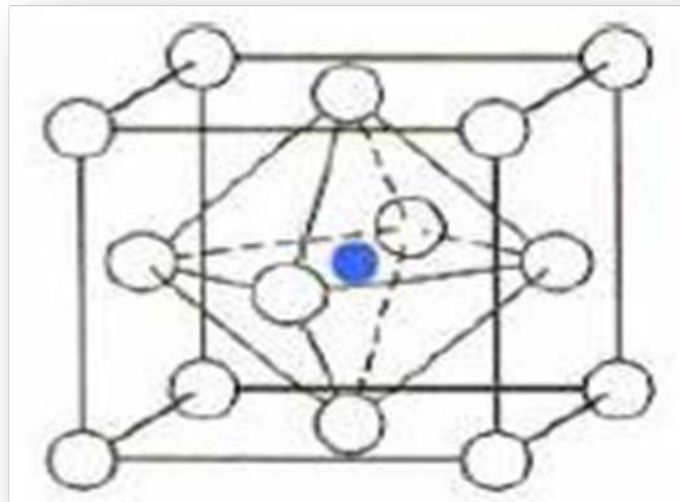


Figure I.12. Structure du nitrure $\gamma' \text{Fe}_4\text{N}$ [35].

I.11.1.2. Le nitrure $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$

Il possède une structure hexagonale de groupe d'espace $\text{P6}_3/\text{mmc}$ (Figure I.13). Qui a un domaine d'existence allant de 8,25 à 11 % massiques en azote qui entraîne une évolution des paramètres de maille ($a \in [0,2667 ; 0,2764 \text{ \AA}]$ et $c \in [0,4349 ; 0,442 \text{ \AA}]$) [32]. La teneur en carbone de ce nitrure peut atteindre des valeurs de 3 % massiques [33].

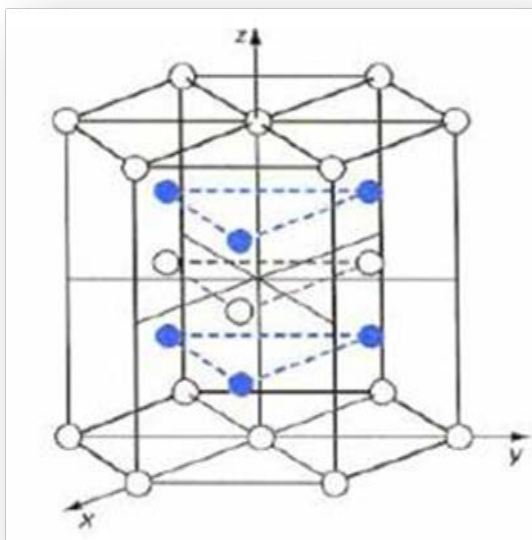


Figure I.13. Structure du nitrure ϵ Fe_{2-3}N [35].

La phase ϵ permet d'améliorer la résistance à la fissuration et la phase γ' permet d'améliorer la résistance à l'usure en évitant des problèmes d'adhésion [34,36]. Toutefois, dans le cas des pièces fortement sollicitées (exemple des pistes de roulement), la couche de combinaison est usinée pour éviter les problèmes d'écaillage et de fissuration de la surface [37]. Le diagramme de Lehrer, valable dans le cas du fer pur [38] (Figure I.14), relie les domaines d'existence des phases au pourcentage d'azote, à la température et au potentiel nitrurant. Il est donc possible d'obtenir une couche de combinaison monophasée, biphasée ou vierge et ne présentant pas de pores en contrôlant le potentiel nitrurant [39, 40,41].

La figure I.14. Présente le diagramme de Lehrer corrigé par Dulcy [42] dans le cas de la nuance 33CrMoV12-9. La ligne en pointillé correspond à la limite α - γ' obtenu pour cet acier. En revanche aucune modification de la limite ϵ - γ' n'a été constatée. Dans le système binaire fer-azote, il est possible d'obtenir une couche blanche monophasée (γ'), biphasée ($\epsilon+\gamma'$) ou aucune couche de combinaison. En revanche dans le système ternaire fer-azote-carbone, le carbone modifie la composition de la couche de combinaison et l'on peut obtenir les compositions suivantes : γ' , ϵ , $\epsilon+\gamma'$ ou aucune couche de combinaison [16].

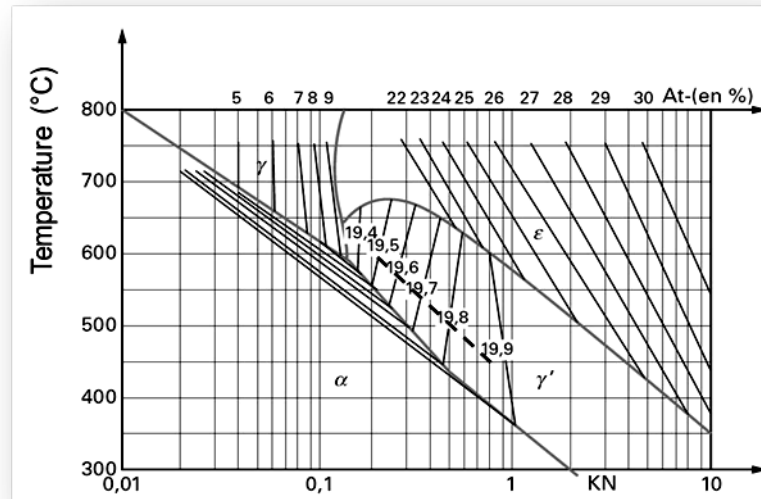


Figure I.14. Diagramme de Lehrer du système fer-azote [42,43], la ligne en pointillé correspond la limite entre les zones α et γ' trouvé par Dulcy et al. Sur la nuance d'acier 33CrMoV12-9.

I.11.2. Couche de diffusion

L'arrivée des atomes d'azote dans la couche de diffusion engendre l'insertion d'azote dans la ferrite et la précipitation de nitrides dans les alliages ferreux ou les aciers. Suivant les conditions de traitement et la nature chimique de l'alliage, la profondeur de nitruration peut varier de quelques centaines de microns à un millimètre.

La limite de solubilité de l'azote dans la matrice ferritique s'avère être très faible (0,043% N à 520° C), conséquence d'une insertion très limitée dans le réseau cubique centré de la matrice α . Cette insertion n'exerce qu'un faible impact sur les propriétés mécaniques, par rapport à celui provenant des précipités. La précipitation de nitrides nanométriques semi-cohérents avec la matrice (relation de Baker-Nutting), d'une part génèrent la mise en compression de la couche de nitruration, améliorant ainsi fortement la résistance à la fatigue mécanique du matériau, et d'autre part gênent la propagation des dislocations, menant à un durcissement important [44].

I.11.3. 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 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 court-circuit 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 [1].

I.11.3.1. Précipitation

Les aciers industriels utilisés couramment pour les traitements de nitruration, contiennent des éléments carburigènes et nitrurigènes, comme le chrome, le molybdène, le manganèse, le vanadium et l'aluminium. Avant nitruration, les aciers présentent des carbures de revenu, et après nitruration des nitrures responsables du durcissement observé et de la mise en précontrainte du matériau. Dès lors, avant de commencer la caractérisation microstructurale de la précipitation, il est indispensable de répertorier la nature des précipités pouvant se former (lieu et conditions de précipitation, relations d'orientation avec la matrice, taille), l'influence du carbone sur la précipitation et les différents modes de précipitation (homogène, discontinue) déjà observés dans les mêmes alliages et aciers utilisés [44].

I.11.3.1.1. Carbures

Les aciers industriels subissent différents traitements thermiques avant nitruration, s'accompagnant le plus souvent d'une précipitation de carbures, afin d'assurer à cœur 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 [45]. Le molybdène peut être substitué au vanadium, étant donné que Mo₂C 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 [45].

Dans les carbures Cr_2C_6 et Cr_7C_3 , le chrome peut être substitué par du manganèse, du molybdène et du fer à hauteur de 40% at [46].

Les carbures de manganèse précipitent sous forme de Mn_7C_3 , Mn_2C_6 ou Mn_3C . Ces structures sont à rapprocher, d'un point de vue structural, des carbures de chrome : Mn_7C_3 (stable à haute température 850-1000°C) _ Cr_7C_3 , Mn_2C_6 _ Cr_2C_6 et Mn_3C _ Fe_3C . Il est donc très difficile de les distinguer lorsque les aciers sont alliés au chrome et au manganèse. 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_2C_6 et M_7C_3 , (M = Cr, Mn). La probabilité de trouver le vanadium substitué au fer dans la cémentite reste très faible [45].

Il est important de souligner ici que l'aluminium ne participe pas à la formation de carbures [46], alors que son affinité pour l'azote est extrêmement élevée.

En conclusion, les carbures pouvant être observés à cœur dans les aciers industriels de nitruration sont les suivants : (V, Fe, Mo) C ; (Fe, Cr, Mn, Mo) 2C_6 ; (Fe, Cr, Mn) 3C et (Fe, Cr, Mn) 7C_3 [44].

I.11.3.1.2. Nitrures

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 observés après nitruration dans les alliages binaires Fe-Cr [46].

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 CFC, AlN hexagonal, VN CFC, CrN CFC et Mo_2N 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 CFC). On peut considérer qu'ils sont isomorphes du nitrure de chrome CrN CFC.

Phillips et Seybolt [47] 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 (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 CFC (M= Cr, V, Mo, Mn, etc.), isomorphes du CrN CFC [44].

a)- Nitrures de chrome

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 [44].

Les nitrures des métaux de transition sont formés par l'incorporation d'atomes d'azote dans les sites interstitiels de la structure cristalline des métaux. Ces nitrures, de formule chimique MeN (TiN, CrN par exemple, Me = Ti, Cr, Zr ...), suscitent un intérêt important dans le domaine industriel pour leurs propriétés mécaniques intéressantes. Ces propriétés mécaniques sont étroitement liées au type de liaison chimique [48]. On cite que les liaisons qui peuvent assurer de bonnes propriétés mécaniques sont de type ion-covalent. Parmi les nitrures dotés de caractéristiques qui intéressent la famille des mécaniciens tribologies se trouvent les nitrures de titane et de chrome [49].

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 à 0,5% Al [50]. 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 [51,52], contrôler la recristallisation des aciers à basse teneur en carbone [45,53], abaisser la ductilité à chaud, augmenter la dureté [54] et améliorer la ténacité à haute température, au travers du processus de précipitation de nitrures AlN. L'aluminium est de surcroît un puissant stabilisateur de la ferrite [55].

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).

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 dans 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 notre étude.

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 [54] ou d'autres nitrures : CrN, BN ou TiN.

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 [56,57]. Information importante, Babenko et al. [58] 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 existant par ailleurs dans la base de données de Thermo-Calc). 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 [59] : $(0001)_{\text{AlN}} // (011)_{\alpha}$; $[11-20]_{\text{AlN}} // [100]_{\alpha}$.

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 [45]. Ce changement de structure, possible uniquement dans le sens CFC _ hexagonal, demande un déplacement atomique [59]. Les mécanismes gouvernant la transformation ne sont pas encore identifiés [45]. 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) [53]. Les précipités CFC germent en relation de Baker-Nutting avec la matrice ferritique (semi cohérence), de manière identique aux nitrures de chrome CrN 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.

Différentes morphologies de précipités ont été relevées, que l'on peut regrouper en deux catégories : plaquettes (disques, forme rectangulaire, prisme, bâtonnet...) et dendrites/aiguilles.

Les nitrures présentant une morphologie en plaquette peuvent provenir de la précipitation avec soit une structure hexagonale, soit une structure CFC. Seule la structure hexagonale a été retrouvée dans la morphologie en dendrites ou aiguilles, avec des tailles supérieures à 100 μm , contrairement aux plaquettes (entre 10 et plusieurs centaines de nanomètres) [44].

I.12.Dureté

La dureté d'un matériau définit la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon à la pénétration d'un corps plus dur, on utilise généralement des essais de rebondissement ou de pénétration pour caractériser la dureté des métaux. 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 I.15 [1].

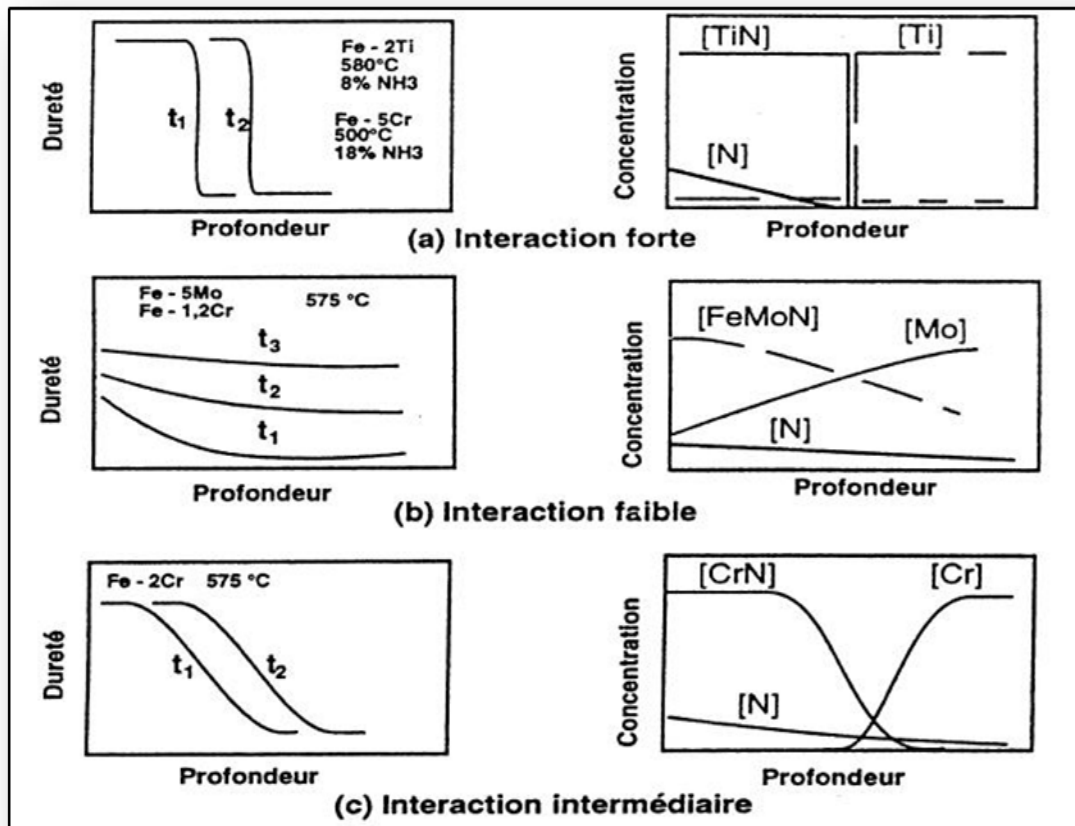


Figure I.15. Influence de la nature des éléments d'addition sur les Profils de microdureté [1].

I.13. 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 I.16

- **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 on parle de déformations incompatibles [60].
- **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 [1].

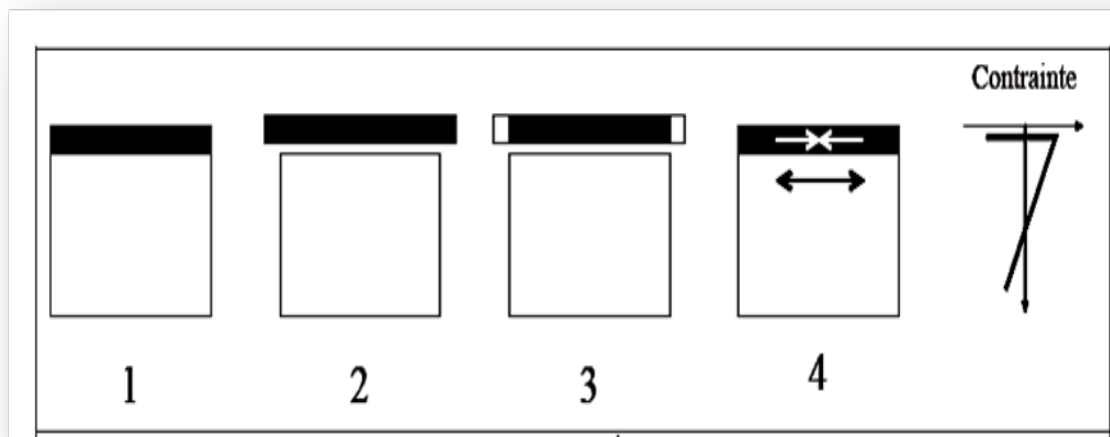


Figure I.16. Schématisation de la génération des contraintes résiduelles d'un échantillon Nitruré [61,62].

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, Barrallier [31] 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 faible 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 [62].

I.14. Comportement en traction

Les traitements de durcissements superficiels ne sont pas utilisés pour améliorer les propriétés de résistance à la traction. Néanmoins, en situation, une pièce peut subir des efforts de traction. 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. Un matériau nitruré peut être considéré comme un multi matériau, résultat 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. Selon Mittemeijer [63] la différence de déformation entre le cœur et la 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 [64].

I.15. 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 soit 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. En traction compression, par exemple il y a peu ou pas d'amélioration [64].

Sollicitations en flexion rotative

Pour des sollicitations en flexion rotative, la nitruration généralement accroît la limite d'endurance. 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 I.17). 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. De la Cruz [65] met en évidence cinq étapes pour la fissuration par fatigue d'un échantillon nitruré :

- Amorçage de la fissure à partir d'une inclusion située sous la couche nitrurée,
- Propagation lente de la fissure qui s'arrête de propager vers la surface du fait de la diminution du facteur d'intensité de contraintes due aux contraintes résiduelles,
- Propagation de la fissure vers le matériau à vitesse croissante,
- Rupture de la couche nitrurée lorsque le facteur d'intensité de contrainte est suffisamment élevé,
- Rupture finale du matériau caractérisée par un faciès de rupture de cupules dans le cœur [64].

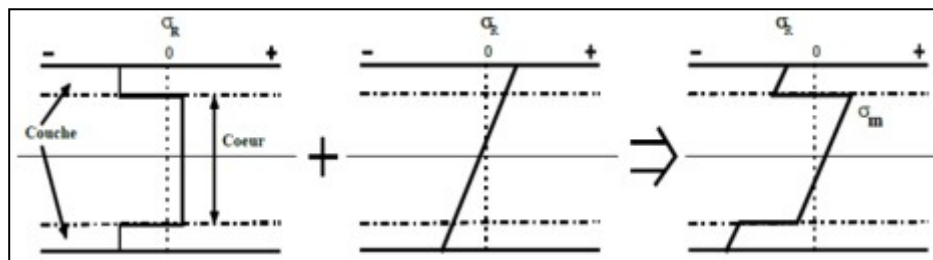


Figure I.17. Représentation schématique de la superposition des contraintes résiduelles et des contraintes appliquées (cas de la flexion) [64].

Un modèle développé par Sun [66] permet de trouver la limite d'endurance en fatigue du Matériau nitruré avec la relation suivante:

$$\sigma_{lim} = \frac{D}{D - 2\delta} \sigma_h \quad (I.4)$$

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.

Cette relation est vérifiée par [67], pour un acier AISI 4140 nitrurée ioniquement.

On constate que plus la profondeur de nitruration est importante plus la limite d'endurance l'est aussi [64].

I.16 Frottement

Le frottement entre corps solides a toujours eu une importance considérable, du fait des avaries qu'il peut provoquer pendant le fonctionnement des machines industrielles. En effet, pendant le glissement, les pièces subissent une usure, génèrent des bruits et dissipent de la chaleur [68].

Quand un corps solide est en mouvement relatif sur un autre, la déformation des surfaces, leur adhésion et leur glissement provoquent une résistance au mouvement. Cette résistance se compose d'une composante réversible d'origine élastique, et d'une composante de frottement qui génère une dissipation d'énergie entre les deux surfaces [69,70]. Selon le mouvement du frotteur, on distingue deux types de frottement comme le montre la figure I.18.

Un frottement de glissement, où le frotteur glisse sur la surface antagoniste (plaquette de frein/disque, rideau/glissière, outil de coupe/pièce, arbre/coussinnet).

Un frottement de roulement et pivotement, où le frotteur roule sur la surface en contact (bille de roulement/bague, roue d'automobile/route, roue de train/rail), Pour diminuer l'usure des pièces en frottement, la lubrification des surfaces est une solution efficace, mais plusieurs situations exigent un frottement sec et nécessitent des matériaux ayant un comportement approprié à ces conditions de frottement (charge, vitesse, température) et susceptibles d'apporter une fiabilité suffisante.



Figure I.18. Différents systèmes en frottement [69].

Depuis quelques millénaires, on s'intéresse aux problèmes de frottement entre deux surfaces solides et à l'énergie dissipée par le frottement [71, 72,73]. Leonard de Vinci et Amontons ont été les premiers à étudier le frottement. Leurs résultats ont été confirmés par Coulomb. Ces résultats sont formalisés selon les lois classiques de frottement:

- Le coefficient de frottement statique est le rapport entre la force tangentielle nécessaire pour provoquer le mouvement du frotteur et la force normale appliquée.

- Le coefficient de frottement dynamique est le rapport entre la force tangentielle nécessaire pour maintenir le mouvement du frotteur et la force normale appliquée.
- La force de frottement est proportionnelle à la charge normale appliquée. Le coefficient de frottement est constant pour un couple de matériaux en frottement.
- Le coefficient de frottement est indépendant de la surface de contact apparente.
- La force de frottement est indépendante de la vitesse de frottement.
- Le coefficient de frottement statique est supérieur au coefficient de frottement dynamique [3].

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 I.5) [74].

$$\mu = \frac{F_f}{F_n} \quad (I.5)$$

Chahinez et al [3,75] 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, en raison de 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 [9].

Les résultats obtenus d'Ekinici et al [76] 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 I.19) Donc la nitruration améliore d'une manière significative les propriétés tribologiques des aciers [9].

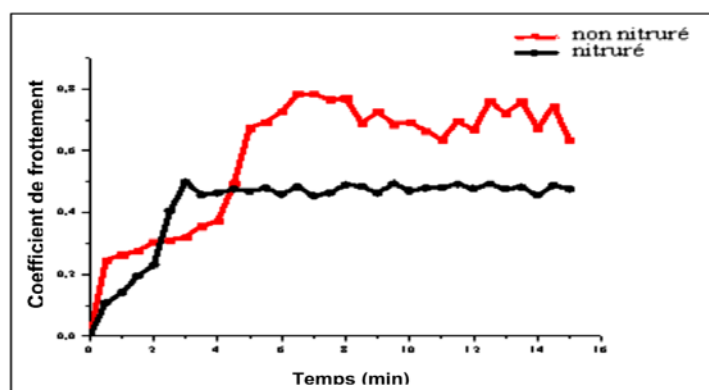


Figure I .19. Coefficient de frottement en fonction du temps pour l'acier 42CrMo4 [77].

Chapitre II : Matériau et techniques expérimentales

II.1. Introduction

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

II.2. Matériau étudié

Le matériau utilisé est un acier de construction faiblement allié au chrome - molybdène pour trempe et revenu. Il présente une bonne trempabilité à l'huile, bonne résistance aux surcharges à l'état traité. C'est un acier à usinabilité améliorée, apte au chromage. Acier très employé en mécanique, pour des pièces de moyennes à fortes sections : croisillons, arbres, essieux, crémaillères, vilebrequins, bielles, pignons. Son aptitude à la trempe par induction le prédestine à la fabrication des pièces trempées superficiellement [2].

II.2.1. Equivalences

Cet acier contient des principaux éléments d'addition tels que le chrome et le molybdène ayant une teneur ne dépassant pas 5% [77]. Selon la norme AFNOR, ce matériau est connu sous l'appellation : 42CrMo4 (Tableau II.1) [23].

Tableau II.1. Correspondance avec les autres normes [23].

| UNI 7845 | DIN 17200 | ISO 683-1 | AFNOR 35-552 | AISI-SAE |
|-----------------|------------------|------------------|---------------------|-----------------|
| 42CrMo4 | 42CrMo4 | 42CrMo4 | 42CD4 | 4140 |

II.2.2. Caractéristiques de la nuance

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 60mm. La micro structure pour des diamètres de barre supérieurs ne sera pas complètement martensitique, souvent utilisé pour les composants automobiles fortement sollicités [78].

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

Les caractéristiques mécaniques sont comme suit :

Rm: 750/1300 N/mm² (230/400HV)

Re: 500/900 N/mm² (150/280HV)

A %: 10/14

Soudabilité: Mauvaise soudabilité à cause du danger élevé de formation des criques.

Aptitude à la trempe: Moyenne-bonne aptitude à la trempe, apte aussi pour les emplois à chaud jusqu'à la température de 500°C. Apte à la trempe en huile.

II.2.4. Diagrammes TTT et TRC

En général, les cycles thermiques des opérations de traitements thermiques, se sont simplement constitués de chauffage et de refroidissement. On peut utiliser pour cela des diagrammes, pour prévoir les plages de température de transformation de phase ainsi que l'état métallurgique final obtenu à partir d'un état austénitique initial [79, 80]. Il s'agit des diagrammes TTT (Transformation-Température-Temps) qui permettent de décrire la transformation de l'austénite en fonction du temps à une température donnée. Les diagrammes TRC (Transformation en Refroidissement Continu) résument les résultats d'un refroidissement en continu tel qu'il a lieu lors d'une trempe dans les différents milieux tels que l'eau, l'huile, l'air comprimé, l'air tout court. A titre d'exemple, les diagrammes TTT et le TRC de l'acier 42CD4 sont présentés sur les (Figures II.1et II.2) [23 ,81].

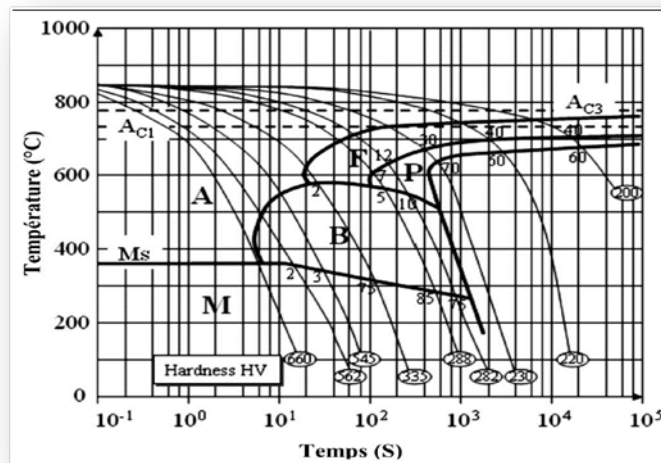


Figure II.1. Diagrammes TRC de 42CD4 [78]

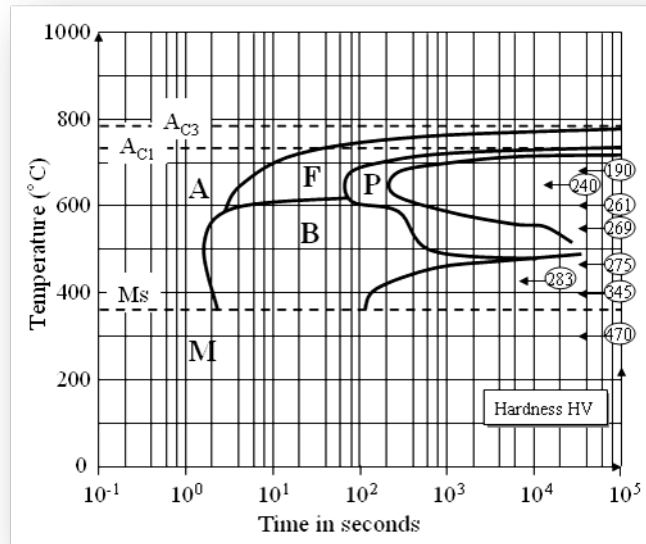


Figure II.2. Diagramme TTT de l'acier 42CD4 [23].

II.2.5. Analyse chimique

II.2.5.1. Définition

SOLARIS CCD Plus est un spectromètre d'émission optique avancé basé sur CCD pour l'analyse des métaux ferreux et non-ferreux et de leurs alliages. Il offre la solution idéale pour l'analyse du métal. Fiabilité et précision des résultats, performances analytiques supérieures.

II.2.5.2. Dimension

Un spectromètre SOLARIS CCD PLUS (Figure II.3), est lié à un ordinateur et un écran d'affichage, qui sont placés plus loin par un câble USB de 3 mètre de longueur. La SOLARIS CCD PLUS est assez compact et léger, pour être déplacé sans difficulté. L'instrument doit être placé à au moins 30 cm loin du mur, afin de permettre une circulation d'air suffisante.



Figure II.3. SOLARIS CCD PLUS (ETRAG-Constantine)

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

Lorsqu'il s'agit d'analyser un matériau, les méthodes d'analyse mettent en jeu des principes comme le bombardement par des ions, la spectrométrie, le couplage de deux techniques comme le CG/SM. Certaines relèvent de l'analyse de surface ou de la microanalyse, en permettant la détermination de la composition chimique élémentaire d'un volume de matière petit. Notre choix était limité par la spectrométrie (SOLARIS CCD PLUS) au niveau de l'entreprise ETRAG (Figure II.4). Et Nous avons calculé la moyenne de trois lectures comme le montre sur la (Figure II.5), et le (Tableau II.2).



| Canal | 1 | 2 | 3 | Mo | ASD | RSD |
|-------|--------|--------|--------|--------|-------|------|
| C | 0.448 | 0.453 | 0.463 | 0.457 | 0.01 | 22 |
| Si | 0.190 | 0.191 | 0.199 | 0.190 | 0.009 | 47 |
| Mn | 0.803 | 0.821 | 0.817 | 0.814 | 0.008 | 12 |
| P | 0.018 | 0.020 | 0.016 | 0.018 | 0.002 | 14.2 |
| S | 0.027 | 0.027 | 0.027 | 0.027 | 0.0 | 0.0 |
| Cr | 1.256 | 1.251 | 1.198 | 1.235 | 0.016 | 1.3 |
| Ni | 0.104 | 0.103 | 0.104 | 0.104 | 0.003 | 0.6 |
| Mo | 0.155 | 0.159 | 0.163 | 0.159 | 0.004 | 2.5 |
| Al | 0.010 | 0.009 | 0.010 | 0.009 | 0.000 | 4.1 |
| Cu | 0.202 | 0.203 | 0.201 | 0.202 | 0.001 | 0.4 |
| Ca | 0.007 | 0.007 | 0.007 | 0.007 | 0.0 | 0.0 |
| Ti | 0.017 | 0.018 | 0.018 | 0.018 | 0.001 | 3.2 |
| V | 0.002 | 0.003 | 0.005 | 0.003 | 0.001 | 47.0 |
| W | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.0 | 0.0 |
| Pb | 0.004 | 0.005 | 0.003 | 0.004 | 0.001 | 28.9 |
| Se | 0.007 | 0.008 | 0.008 | 0.008 | 0.001 | 7.9 |
| N | 0.025 | 0.014 | 0.000 | 0.014 | 0.002 | 32.6 |
| B | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.0 | 0.0 |
| Ce | 0.008 | 0.005 | 0.007 | 0.007 | 0.001 | 5.4 |
| Nb | 0.005 | 0.004 | 0.004 | 0.004 | 0.000 | 13.9 |
| Sb | 0.004 | 0.002 | 0.007 | 0.004 | 0.002 | 57.9 |
| Fe | 96.865 | 96.868 | 96.843 | 96.859 | 0.014 | 0.0 |

Figure II.4. Analyse chimique de la nuance 42CrMo4

Figure II.5. Lectures pour l'analyse chimique de l'acier 42CrMo4

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

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

II.3. Traitement de pré-nitruration

II.3.1. Traitement de trempe

La trempe est un traitement thermique qui donne à l'acier une grande dureté par transformation de l'austénite en martensite. Les processus de durcissement (Chauffe + Trempe) sont utilisés pour obtenir les propriétés mécaniques spécifiques d'un composant, requises pour son utilisation. Dans notre étude les échantillons ont été portés à une température de l'ordre de 850 °C pendant un temps de maintien de 30 min dans un four (Figure II.6), suivi d'un refroidissement à l'huile (Figure II.7). Selon le cycle thermique présenté par la (Figure II.8).



Figure II.6. Four électrique de trempe (ETRAG-Constantine)

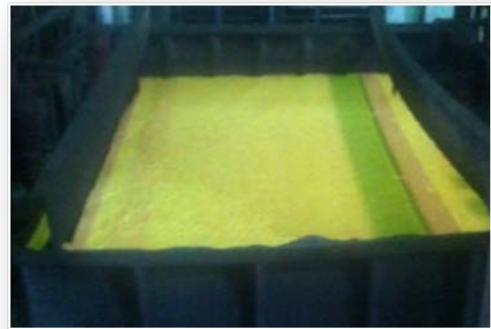


Figure II.7. Bain d'huile (ETRAG-Constantine)

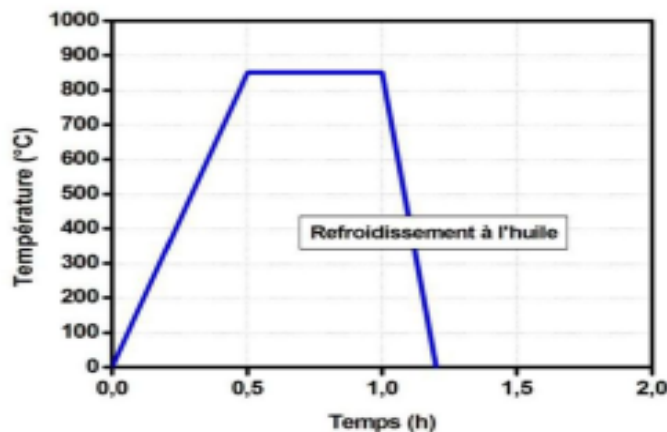


Figure II.8. Cycle du traitement thermique de trempe

II.3.2. Traitement de revenu

Le revenu destiné pour réduire les contraintes et la fragilisation provoquées par la trempe et obtenir les propriétés mécaniques requises. La méthode dans notre cas consiste à

chauffer les échantillons à une température inférieure à celle d'austénitisation (600°C) dans un four électrique de revenu (FigureII.9), pendant un temps de maintien de 2 heures et de les refroidir très lentement à l'air suivant le cycle de la (Figure II.10)



FigureII.9. Four électrique de revenu (ETRAG-Constantine)

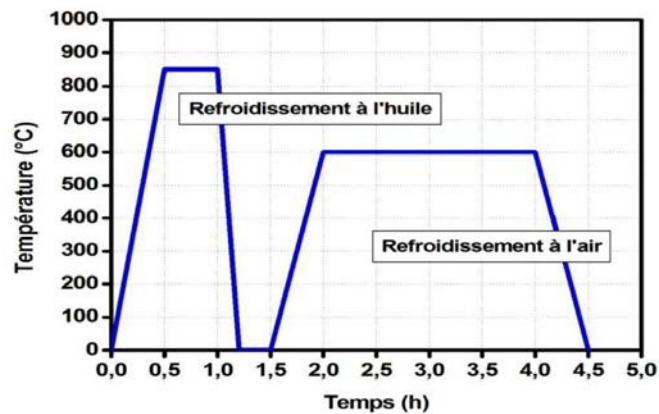


Figure II.10. Cycle du traitement d'amélioration (trempe + revenu)

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

Nous avons présenté sur le tableau III.3. Les caractéristiques techniques des fours de traitement thermique.

Tableau II.3. Les caractéristiques techniques des fours de traitement thermique

| Caractéristique technique | Four de Tremp 20711 | Four de revenu 20712 |
|-----------------------------------|---------------------|----------------------|
| Dimension de la zone de travail : | | |
| Hauteur | 910mm | 910mm |

| | | |
|------------------------------------|---|---|
| Largeur | 1550mm | 1550mm |
| Profondeur | 1800 mm | 1800mm |
| Températures de la zone de travail | Max 1000° C | Max 750°C |
| 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 | 10500kg | 10000kg |
| Poids de charge | Max 2000kg | Max 2000kg |
| Températures de travail | 700-1000 | 260-750 |

II.4. Traitement de nitruration

La nitruration en bain de sel est un procédé où les atomes d'Azote de Carbone et d'Oxygène diffusent simultanément en surface. Les traitements de nitruration sont réalisés au niveau de l'entreprise ETRAG-Constantine.

II.4.1.Préchauffage

Tous les échantillons de 42CrMo4 ont été préchauffés avant le traitement de nitruration a la température de 350 °C dans un four a résistance (Figure II.11), auxquels ils ont été mis dans des rampes de chargement en vrac dans des paniers d'acier inoxydable, puis immergés dans le bain de sel.



Figure II .11.Four de préchauffe (ETRAG-Constantine)

II.4.2. Bain de sel

Après le chauffage des 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 (Figure II.12) à une température de 580 °C à des temps de maintiens de 10 heures, 15 heures et 20 heures.



Figure II.12. Bain de four DEGUSSA (ETRAG-Constantine)

La composition chimique du bain de nituration est maintenue dans les limites suivantes :

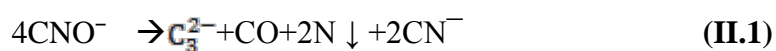
Cyanate : $36 \pm 2\%$; carbonate : $19 \pm 2\%$; cyanide : environ 0.8 %

La figure II.13, présente les produits chimiques utilisés dans le bain.

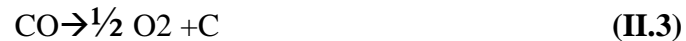


Figure II.13. Les produits chimiques utilisés dans le bain
(ETRAG, Constantine)

L'élément niturant est le Cyanate CNO^- qui se décompose suivant une double réaction :



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



L'essentiel 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'épuisement de 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 conduit le savoir-faire des procédés commercialisés sous les marques : SURSULF et TENIFER.

Le principe est d'utiliser un composé de 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.

L'ammoniac NH_3 augmente le pouvoir nitrurant du bain mais favorise la croissance rapide des couches (porosité importante). Donc la nitruration en bain de sel provoque à la surface en contact avec des sels la formation des pores, bien que leurs présences n'est pas nécessairement un inconvénient car elles favorisent la sustentation du film d'huile en frottement lubrifié et facilitent le rodage, toutefois une proportion trop importante de porosité 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 [9,21]. La figure II.14, illustre le cycle de la nitruration en bain de sel.

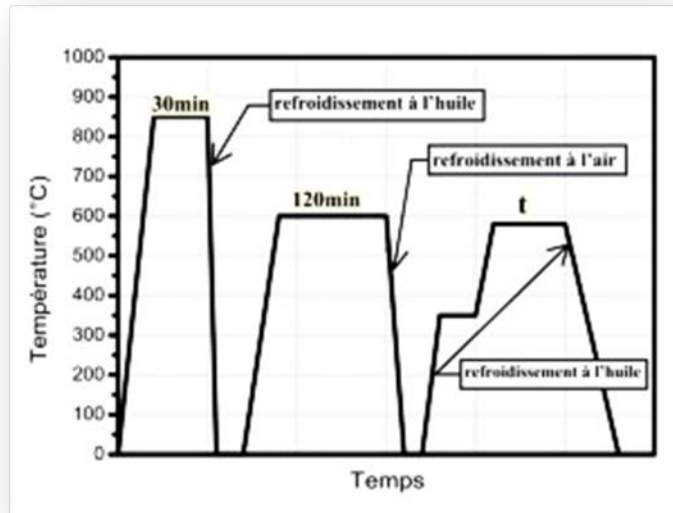


Figure II.14. Cycle du traitement thermique de nitruration

II.4.3. Refroidissement et lavage

Les échantillons ont été lavés après les extraits du bain, et refroidis dans un bain d'huile, dans de l'eau alcaline pour éliminer tous les résidus de sels, la figure II.15 illustre le bain d'eau alcaline.



Figure II.15. Bain de nettoyage d'eau alcaline
ETRAG-Constantine

II.5. Caractérisation structurale

II.5.1. Préparation des échantillons

La préparation et les soins qui comportent plusieurs étapes successives influent directement sur la qualité des résultats.

II.5.2. Le polissage

La surface plane est nécessaire afin d'avoir une image représentative de la structure de l'échantillon de l'acier 42CrMo4, (Figure II.16) qui ont obtenu par le polissage, au début les échantillons sont polis par machine de polissage avec papier de verre, (Figure II.17). Chaque changement de papier est précédé d'un rinçage à l'eau puis à l'éthanol, le polissage termine par suspensions diamantées de granulométrie décroissante de 3 et 1 μm .



Figure II.16. L'échantillon de 42CrMo4 polis



Figure II.17. Machine de polissage avec papier de verre
ETRAG-Constantine

II.5.3. L'attaque chimique

La révélation de la microstructure des métaux nécessite un attaque chimique, par dissolution différentielle de chaque phase, constituant les matériaux 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'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 +97ml d'alcool éthylique).

II.5.4. Microscopie optique

L'observation de nos échantillons avant et après nitruration dans ce travail nécessite un microscope optique comme première technique d'observation du différent changement de la microstructure de l'acier 42CrMo4. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée. Mais compte tenu de sa faible résolution, il n'est pas possible de l'utiliser pour une observation fine d'objets rugueux de petite taille.

II.5.5. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Dans le cas des observations au MEB en mode électrons rétrodiffusés, aucune attaque chimique n'est réalisée sur l'échantillon pour éviter les effets de relief, qui gêne la lecture des résultats lorsque l'on travaille en électrons rétrodiffusés [16]. La microscopie électronique à balayage (MEB) a été utilisée pour des observations fines. Elle constitue un excellent prolongement de la microscopie optique. Son principe consiste à focaliser sur l'échantillon un faisceau d'électrons en un spot extrêmement fin.

Plusieurs interactions électrons / matière interviennent et chaque type d'électron ou de photon émis est recueilli par un détecteur approprié pour former une image. Les images MEB sont réalisées en contraste topographique (électrons secondaires) et en contraste chimique (électrons rétrodiffusés) [8]. La figure II.18, illustre le schéma du principe du microscope électronique à balayage.

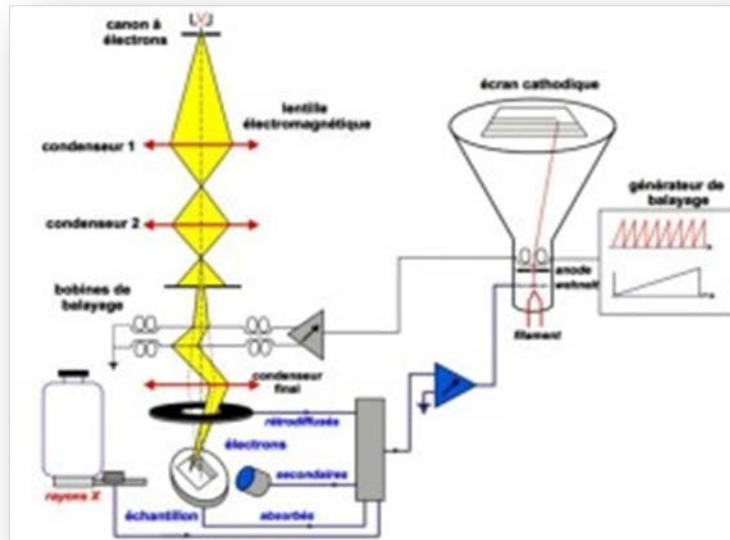


Figure II.18. Schéma de principe de la microscopie électronique à balayage [9]

II.5.6. La diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction de rayons X, permet l'étude cristallographique des couches nitrurées sur toute leur épaisseur. Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatique est dirigé sur un matériau polycristallin, il est en partie réfléchi par les plans atomiques de certains cristaux. Pour que la diffraction des photons X soit mesurée, l'incidence du faisceau par rapport aux plans atomiques doit avoir lieu sous un angle particulier. Il faut en effet que les ondes réfléchies soient en phase de sorte à interférer de manière constructive pour ensuite être mesurées par le détecteur, comme il est illustré à la figure II.19 [3].

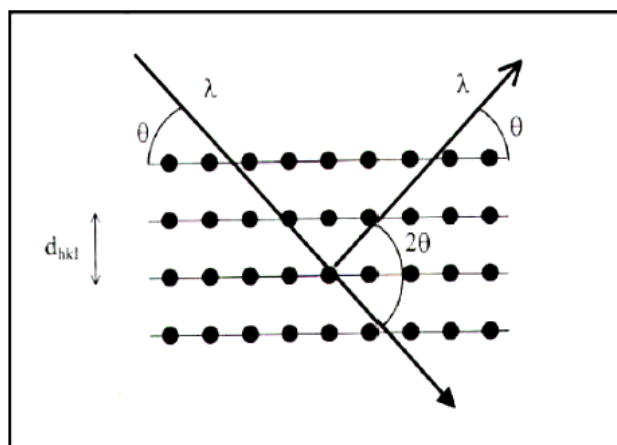


Figure II.19. Famille de plans cristallins en condition de Bragg [3]

Les conditions nécessaires à cette interférence constructive sont données par la loi de Bragg :

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

Avec :

L'angle entre le faisceau incident et les plans diffractant d'indices de Miller (hkl).

d : la distance interréticulaire entre les plans diffractant.

λ : la longueur d'onde du faisceau incident.

n : l'ordre de la diffraction [82].

Le diffractogramme est un enregistrement de l'intensité diffracté en fonction de l'angle θ formée avec le faisceau direct. L'étude du diffractogramme permet de remonter à un grand nombre d'information sur les caractéristiques structurales et microstructurales de l'échantillon telles que les structures cristallines, la taille des cristallites, les taux de défauts structuraux, la macro et micro-contraintes et la présence d'une texture [82]. Dans notre études nous avons basée sur l'expérience du l'auteur ghaloudje qui a utilisé un diffractomètre de type Philips, l'anticathode utilisée est en cuivre ($\lambda_{\text{Cu-K}\alpha} = 0,154 \text{ nm}$). 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*).

II.6. Caractérisation mécanique

II.6.1. Microdureté Vickers

La microdureté est une mesure de la résistance d'un nombre quelques fois très important de grains opposée par la surface de notre nuance 42CrMo4, à la pénétration d'un indenteur plus dur, sous faibles charges de 15 N. Nos mesures de microdureté Vickers HV avant et après la nitruration de bain de sel ont été effectuées avec un microduromètre innovatest (Figure II.20), pour lequel le pénétrateur est constitué par un diamant ayant la forme d'une pyramide à base carrée dont l'angle au sommet de 136° [26].



Figure II.20. microduromètre Innovatest. 1) caméra CCD 2) indenteur 3) objectif microscopique 4) platine porte-échantillon 5) écran de visualisation de l'empreinte [26].

La dureté Vickers (*Vickers Hardness*) est alors définie par le quotient de la charge appliquée F par la surface de l'empreinte S (Figure II.21).

Avec F : la charge appliquée (en kgf) par le pénétrateur

S : la surface de latérale (en mm^2) de (l'empreinte pyramidale). elle est définie par :

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

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

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

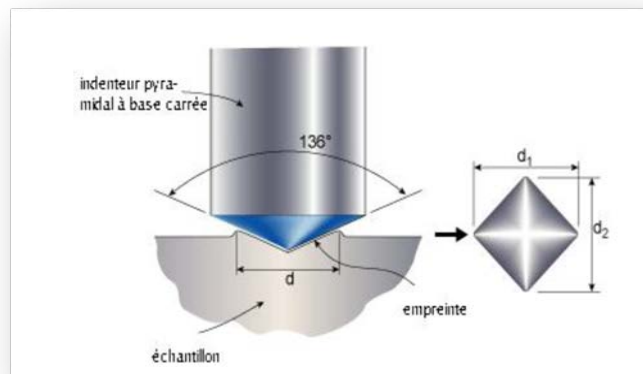


Figure II.21. Indentation type Vickers et l'empreinte laissée par l'indenteur [26]

Enfin 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 15N pendant 15 à 20 secondes.

II.6.2. Essai de traction

L'Essai le plus classique, consiste à exercer sur une éprouvette normalisée (pièces fabriquée avec le matériau à tester par usinage au niveau de l'entreprise tracteur agricole ETRAG-Constantine sur la figure II.22, d'une forme cylindrique avec des démentions normalisée (Figure II.23).

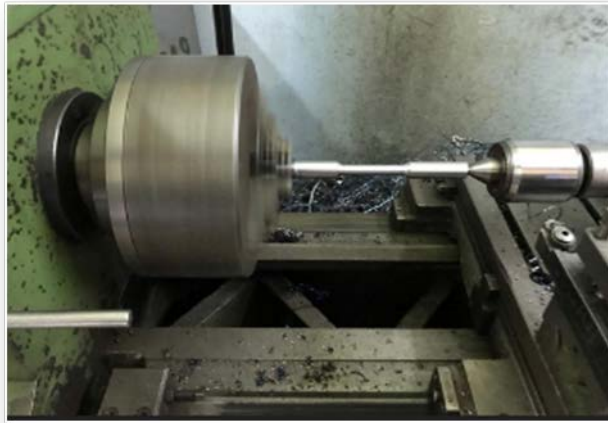


Figure II.22. Pièce fabriquée par usinage au niveau de l'entreprise (ETRAG-Constantine)

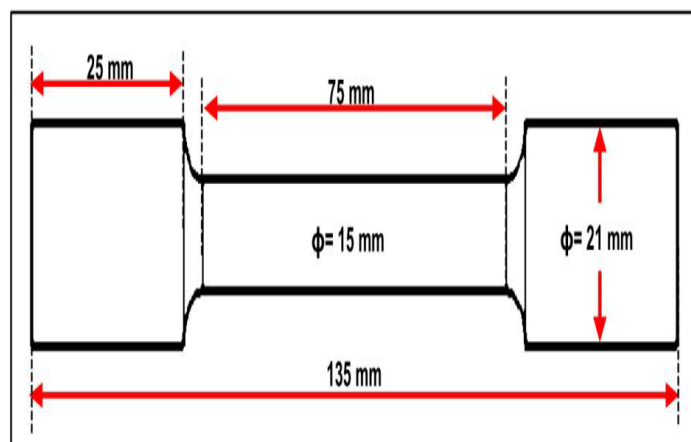


Figure II.23. Représentation dimensionnelle des éprouvettes utilisées [9].

Le principe de l'essai de traction est que l'éprouvette est tenue en deux points (par une pince ou un crochet). Cet essai permet de tracer la courbe de traction qui peuvent être déduites les caractéristiques suivantes (Figure II.24) :

- 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 R_m , qui est la contrainte maximale atteinte en cours d'essai.

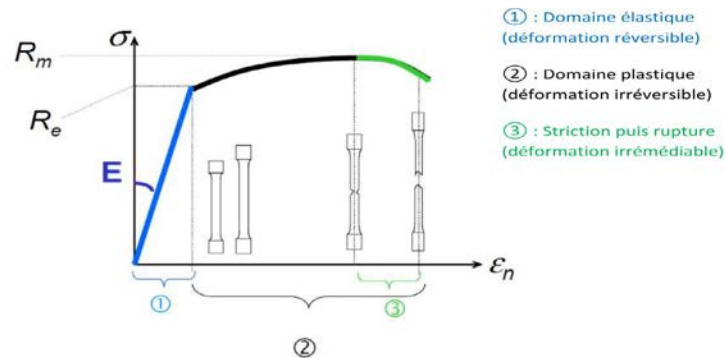


Figure II.24. Représentation d'une courbe de traction [9]

L'objectif de l'essai est de connaître l'effet du traitement thermo-chimique (nituration en bain de sel) sur les propriétés mécaniques de l'acier 42CrMo4. Pour cette raison nous avons effectué des essais de traction sur des échantillons avant la nituration et sur des échantillons après la nituration (à 580°C pendant 10 heures, 15 heures, et 20 heures).

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, ces essais ont été effectués à une température ambiante avec une vitesse de déformation constante.

II.6.3. Essai de Résilience

L'essai de flexion par choc sur éprouvette entaillée Charpy a pour but de mesurer la résistance d'un matériau à la rupture brutale. Il est fréquemment appelé essai de résilience Charpy ou même essai Charpy. Il porte le nom de l'ingénieur français Georges Charpy (1865-1945) qui en fut l'un des principaux théoriciens et promoteurs. Il mit en particulier au point la machine qui permet de réaliser l'essai et qui est appelée Mouton Charpy. Le but de l'essai de résilience Charpy est de mesurer la résistance d'un métal sous une sollicitation dynamique. L'essai consiste à rompre l'éprouvette sous l'effet de choc du marteau du mouton – pendule. Cette éprouvette (Figure II.25) entaillée en son milieu repose sur deux appuis. La mesure obtenue est une énergie qui correspond à la différence

entre les énergies initiales et finales du pendule [23]. L'énergie consommée par la rupture est directement associée à l'angle de remontée du pendule, elle s'exprime par la relation suivante :

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

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

Dans le cas de notre travail, les éprouvettes que nous avons utilisées répondent à la norme d'ISO avec une entaille en V (Figure II.26), 45° d'ouverture et de 2 mm de profondeur.

Les éprouvettes ont été réalisées au niveau de l'entreprise tracteur agricole ETRAG - Constantine à partir d'une barre de l'acier 42CrMo4.

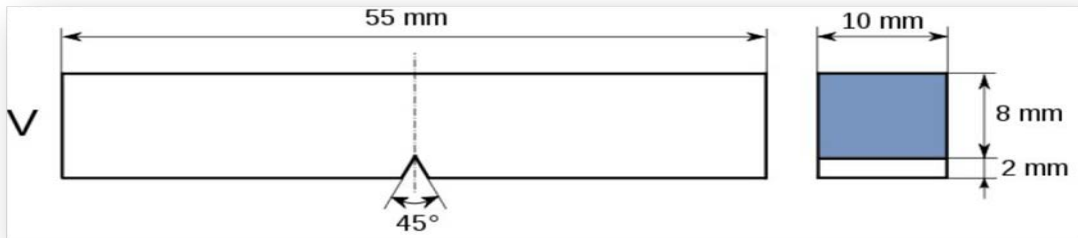


Figure II.25. Géométrie des éprouvettes de résilience



Figure II.26. Eprouvettes de résilience

Les essais de résilience ont été effectués au sein du laboratoire de l'entreprise ETRAG-Constantine.

II.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 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 sur la (Figure II.27). Le pion est une bille en acier 100C6 de diamètre 3 mm, le disque est animé d'un mouvement de rotation [9].

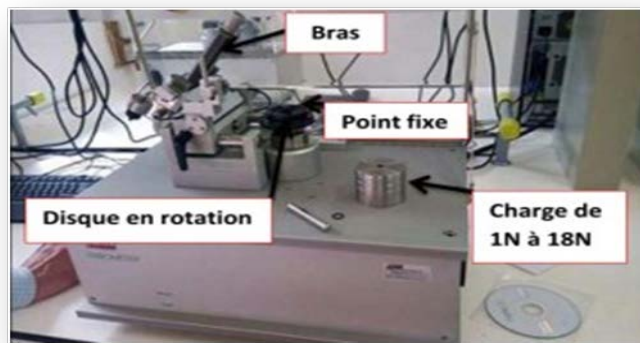


Figure II.27. Tribomètre (Bille-Disque /Pion-Disque)

Le principe de l'essai (Figure II.28) consiste à frotter la surface de l'échantillon de poids initial (P_0) contre un papier émeri, fixe 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_t . Ensuite, la perte de poids (Δp) est calculée d'après la relation :

$$\Delta p = P_0 - P_t \quad (\text{II.10})$$

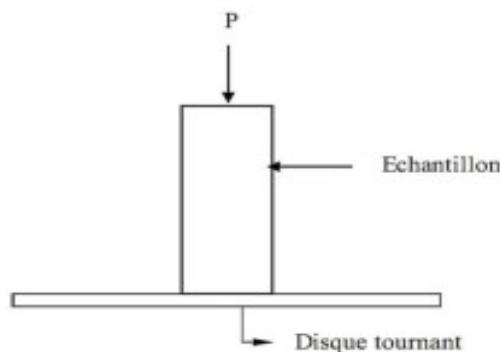


Figure II.28. Schéma de principe de l'essai d'usure par frottement [9].

CHAPITRE III : Résultats et interprétations

III.1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'influence des traitements thermochimiques (nitruration en bain de sel) sur le comportement mécanique des aciers faiblement alliés (42CrMo4) à savoir : les essais de dureté et micro-dureté, les essais de traction, les essais de résilience et les essais de tribologie. Les traitements thermochimiques employés dans ce travail ont été réalisés au niveau du ETRAG – **Entreprise Tracteurs Agricoles** de Constantine.

Lors de cette étude, nous allons essayer de comprendre et d'étudier les modifications des caractéristiques mécaniques de 42CrMo4 en utilisant des moyens expérimentaux conventionnels de : traction, dureté, résilience, et l'usure en fonction des traitements thermochimiques (nitruration). Comme nous allons décortiquer également les résultats relatifs aux comportements mécaniques d'acier 42CrMo4 en fonction de nitruration. Et enfin nous allons comparer ces résultats avant et après nitruration.

III.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 pendant des temps de maintien allant de dix à vingt heures. Par la suite, ils ont été refroidis dans un bain d'huile et lavés dans une alcaline afin d'éliminer tous les résidus de sels. Avant d'étudier la structure métallographique de l'acier 42CrMo4 (après nitruration en bain de sel), il faut d'abord connaître l'état de la structure métallographique de cet acier après le processus de trempe et revenu.

III.2.1. Microstructure des couches après trempe et revenu

Après trempe et revenu, notre acier présente une structure homogène à grains uniformes de ferrite (Figure III.1), ces résultats ont été observés aussi par l'auteur [83].

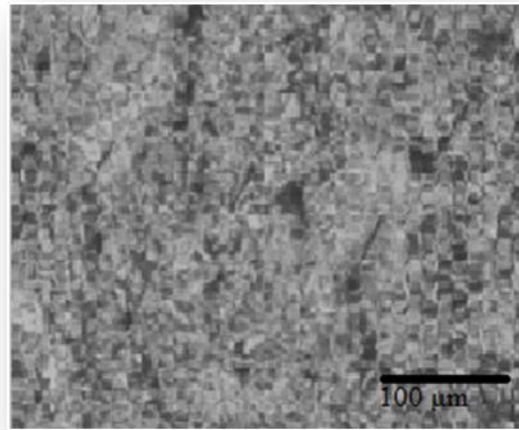


Figure III.1. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration et après trempe et revenu

III.2.2. Microstructure des couches nitrurées

Sur la (Figure III.2), nous avons présenté la micrographie obtenue par microscopie optique des couches superficielles de l'échantillon ayant subi une nitruration en bain de sel à 580°C durant 15heures.

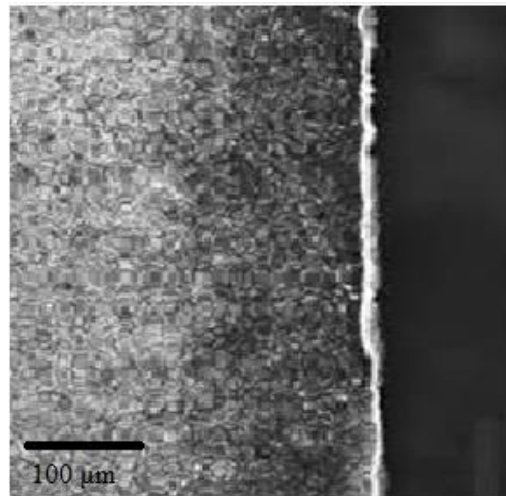


Figure III.2. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 après la nitruration en bain de sel à 580°C durant 15h

En effet, le bain est composé de cyanure, alors après insufflation de l'oxygène il y a une formation de cyanate de type (KCNO), et la décomposition de ces cyanates donne naissance à des atomes d'azote, de carbone et éventuellement de l'oxygène. Ces atomes libérés, diffusent en surface de l'acier 42CrMo4. Après nitruration en bain de sel à 580°C pendant un temps de maintien de 15h, nous constatons l'existence de trois zones distinctes (couche de combinaison, couche de diffusion et le cœur) comme le montre la figure III.3.

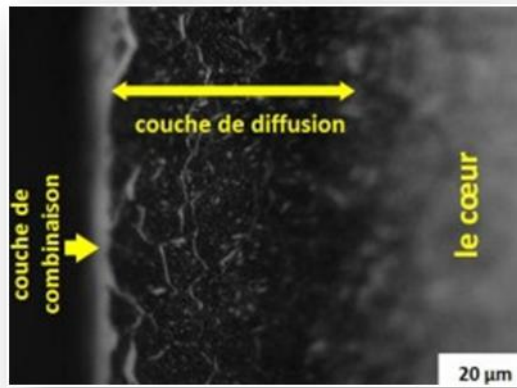


Figure III.3. Micrographie optique de l'acier 42CrMo4 nitrurée à 580°C pendant 15h (coupe transversale) [83].

En effet, ces trois zones se résument ainsi :

- 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 [84,85]. D'après la littérature cette zone correspond à l'appauvrissement en carbone qui diffuse suite à la transformation des carbures en nitrures [86]. 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 $\gamma'-Fe_4N$ ou éventuellement $Fe_4(NC)$ où l'azote se trouve combiner comme on s'y attendait [87,88].
- 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. En effet, 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 [89,90]. Cette zone est composée principalement de la ferrite, des nitrures et des carbures Fe_3C .
- Et enfin le substrat avec une structure de revenu (cœur).

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

Pour étudier l'influence du temps sur la croissance de la couche de combinaison, nous avons réalisé une nitruration en bain de sel sur des échantillons de type 42CrMo4 à 580 °C pour différents temps de diffusion (10h, 15h et 20h), (Figures III.4, 5 et 6).

D'après les résultats de la microscopie électronique à balayage 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 de temps et passe de 22,5 μm après 10 heures [9] de traitement de nitruration à 34,5 μm après 15 heures et 44,5 μm après 20 heures de traitement de nitruration.

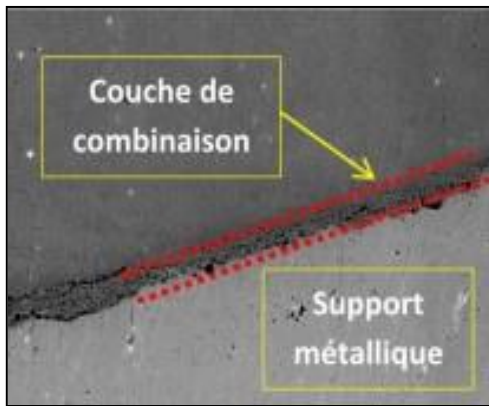


Figure III.4. Micrographie de la couche de combinaison après nitruration de l'acier 42CrMo4 pendant 10h[83]

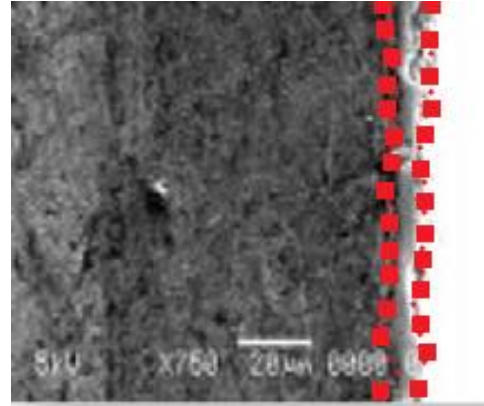


Figure III.5. Micrographie de la couche de combinaison après nitruration de l'acier 42CrMo4 pendant 15h

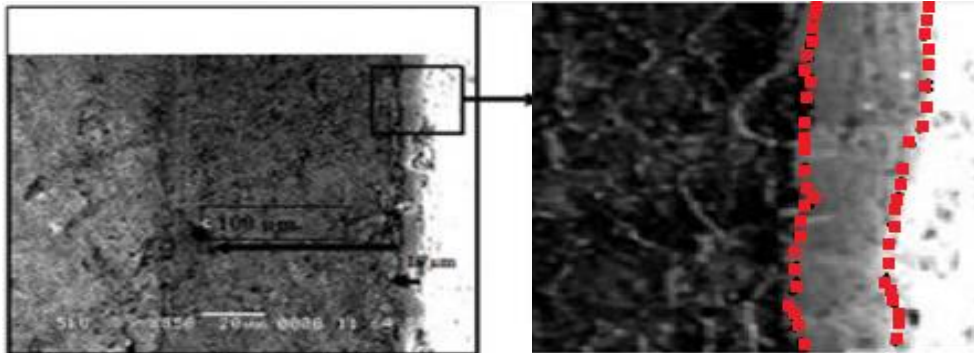


Figure III.6. Micrographie de la couche de combinaison après nitruration de l'acier 42CrMo4 pendant 20h

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 III.7, les spectres de diffraction des rayons X obtenus (pour des échantillons nitrurés à 580°C pendant 10h) [9], dans les conditions de diffraction rasante à très faible angle (angle d'incidence de 5 degré).

L'apparence de la phase ferritique sur ces diffractogrammes provient du fait que la 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 10h de traitement des pics de la phase $\varepsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N,C})$ ont été observés par l'auteur [9].

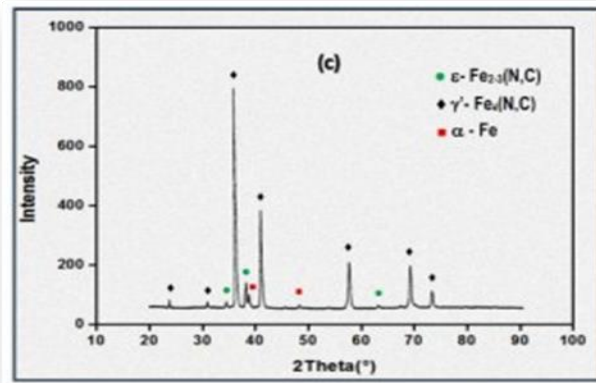


Figure III.7. Diffractogramme DRX d'échantillons nitrurés à 580°C pendant 10h [9]

III.2.4. Influence du temps de nitruration sur l'épaisseur et la couche de combinaison

En bain de sel, le temps joue un rôle très important vis-à-vis de la diffusion de l'azote et du carbone. Par conséquent, nous nous sommes intéressés à étudier l'influence de ce paramètre sur la couche de combinaison. L'évolution de l'épaisseur de la couche blanche en fonction du temps est représentée sur la figure III.8. D'après cette figure nous pouvons dire que l'épaisseur augmente en fonction du temps de nitruration en bain de sel.

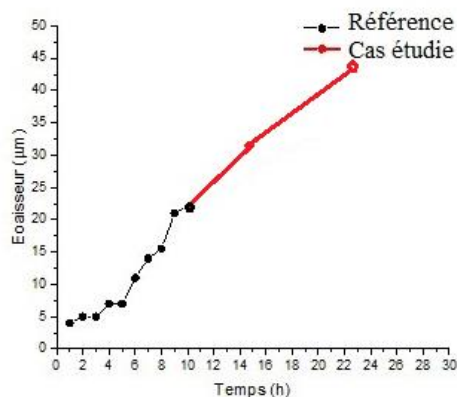


Figure III.8. Variation de l'épaisseur de la couche de combinaison en fonction du temps à 580°C

L'augmentation du temps de la nitruration (10 à 20h) a entraîné une augmentation de l'épaisseur de la couche de combinaison de 22,5 μm à 44,5 μm à 580°C.

Remarque : Sur la figure III.8, nous avons présenté l'évolution de l'épaisseur de la couche de combinaison en fonction du temps de nitruration de 1 à 10h [9], et de 10 à 20h (dans notre cas).

III.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'atome (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 précipitées. Le durcissement par nitruration dans la zone de diffusion doit 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.

III.3.1. Microdureté Vickers avant nitruration de l'acier 42CrMo4

Nous avons réalisé des essais de micro-dureté Vickers sous charge réduite (correspondant à 15N) afin de déterminer l'évolution de cette dernière sur une profondeur faible.

III.3.1.1. Micro dureté Vickers à la surface

Sur la figure III.9, nous avons présenté les valeurs de micro dureté Vickers obtenues avant nitruration et ce pour trois échantillons différents. La valeur moyenne de la microdureté est de l'ordre de 349.9 points Vickers.

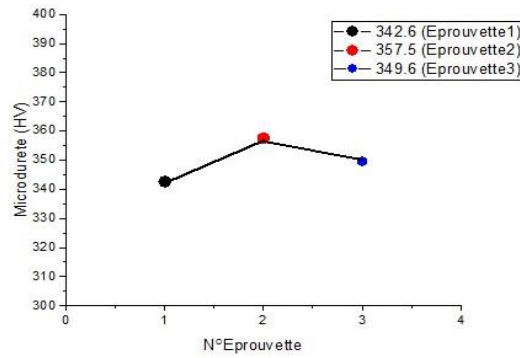


Figure III.9. Courbe de micro dureté à la surface pour trois éprouvettes avant la nitruration

Comme nous avons illustré sur la figure III.10, les empreintes superficielles avant nitruration de cet acier.



Figure III.10. Les empreintes superficielles d'indentation de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration

D'après les résultats obtenus sur la figure III.9, nous constatons que les valeurs de micro dureté sont proches et présentent une moyenne de 349.9 points Vickers, comme nous avons également remarqué sur la figure III.10, que les empreintes superficielles de ces échantillons sont similaires.

III.3.1.2. Profils de Micro dureté des échantillons non nitrurés de la surface vers le cœur

Nous avons présenté sur la figure III.11, les valeurs de micro dureté prises de la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 avant nitruration et dont la valeur moyenne est de l'ordre de 350 Hv.

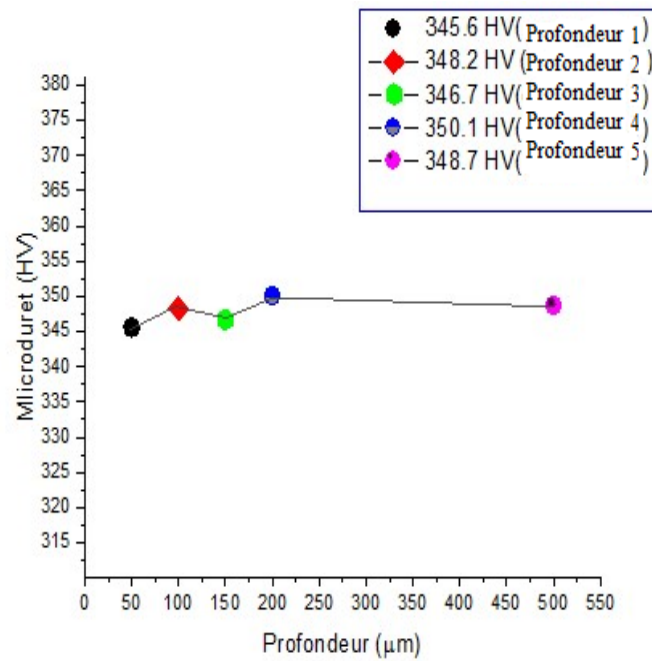


Figure III.11. Courbe de micro dureté à la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 avant nitruration.

Quant aux empreintes d'indentation de la surface vers le cœur de l'acier avant nitruration sont illustrées sur la figure III.12.

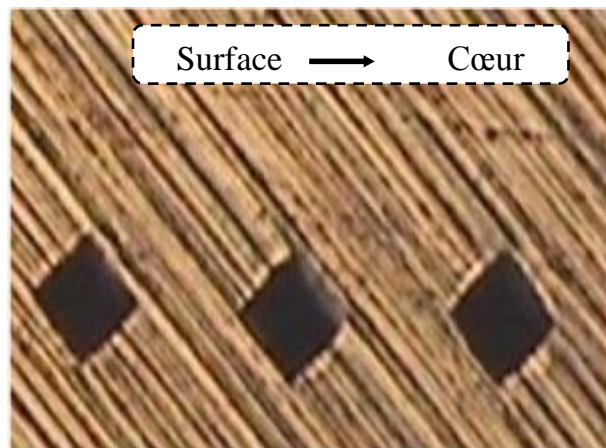


Figure III.12. Les empreintes d'indentation de la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 avant la nitruration

D'après les résultats obtenus de micro dureté 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 345,6 HV à la surface et elle est de l'ordre de 348,7 HV (au cœur). Comme nous avons également remarqué sur la figure.III.12, que la taille des empreintes superficielles des échantillons de 42CrMo4 de la surface vers le cœur est presque la même.

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

III.3.2.1. Microdureté Vickers à la surface

Sur la figure III.13, nous avons présenté les valeurs de micro dureté Vickers (à la surface des aciers 42CrMo4) obtenues après nitruration à 580°C pendant 15h. La valeur moyenne de la micro dureté des trois essais est de l'ordre de 513,8 point HV. Comme nous avons représenté sur la figure.III.14, les empreintes superficielles d'indentation de l'acier 42CrMo4 après nitruration à 580°C pendant 15 h.

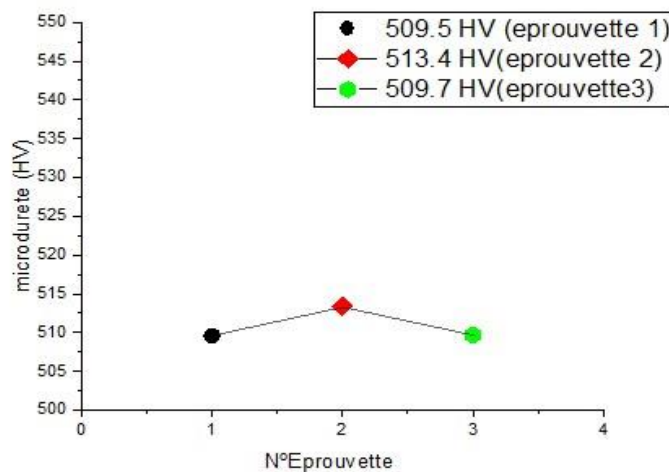


Figure III.13. Courbe de dureté à la surface pour trois éprouvettes après la nitruration à 580 °C durant 15h



Figure III.14. Empreintes superficielle d'indentation de l'acier 42CrMo4 après nitruration à 580°C pendant 15 h

D'après la figure III.13, nous constatons que le traitement de nitruration à 580°C pendant 15 h a un effet bénéfique sur la micro dureté (augmentation de cette dernière après nitruration).notons aussi que les valeurs enregistrées sont des moyennes de 3 mesures.

III.3.2.2. Profils de Micro dureté des échantillons nitrurés de la surface vers le cœur

Nous avons présenté sur le tableau III.1, les valeurs de la micro dureté prises de la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 après nitruration (à 580°C pendant 15h).

Tableau III.1. Résultats de micro dureté Vickers de la surface vers le cœur après nitruration

| Profondeur (μm) | 30 | 100 | 150 | 200 | 500 |
|-----------------|-------|-----|-------|-------|-------|
| Dureté (HV) | 501.1 | 456 | 437.9 | 410.4 | 349.9 |

Comme nous avons représenté sur la figure.III.15, les empreintes d'indentation de la surface vers le cœur de l'acier 4CrMo4 après nitruration. Nous constatons qu'il ya une légère différence concernant la taille des empreintes.



Figure III.15. Les empreintes d'indentation de la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 après nitruration

Parallèlement, nous avons représenté, sur la figure .III.16, la courbe de la microdureté en fonction de la profondeur en allant de la surface vers le cœur de l'acier étudié après nitruration à 580°C pendant 15h , et ce à partir des valeurs du tableau III.1.

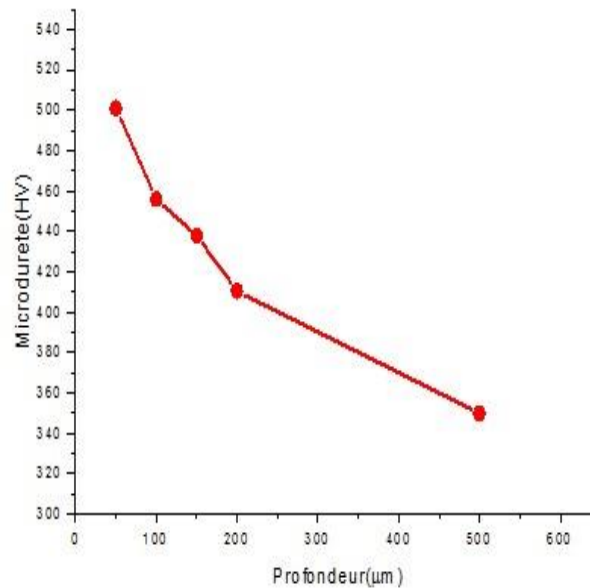


Figure III.16. Courbe de micro dureté de la surface vers le cœur de l'acier 42CrMo4 après la nitruration

Nous constatons alors que la micro-dureté après nitruration diminue en allant de la surface vers le cœur de notre acier suivant des valeurs respectives (501.1 à la surface vers 349.9 points Vickers à une profondeur de 500 µm). En effet, en allant de la surface vers le cœur, nous traversons la couche de combinaison et la couche de diffusion et au cœur de la ferrite.

III.3.3. Influence du temps de nitruration sur la Micro dureté Vickers de la surface vers la profondeur

Sur la figure III.17, nous avons regroupé les courbes 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 (10, 15 et 20h) à la température 580°C.

D'après ces courbes, nous pouvons dire que la micro-dureté diminue de la surface vers le cœur de l'acier et ce pour les trois temps (10, 15 et 20h), 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 élevées atteintes dans la zone de diffusion après traitement de nitruration pour une durée assez longue.

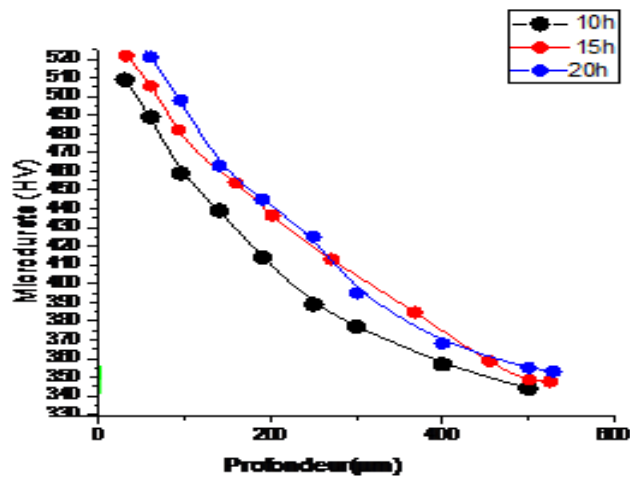


Figure III.17. Profils de micro dureté des pièces nitrurées pendant 10h jusqu'à 20h à 580°C en fonction de la profondeur

Nous pouvons dire alors à cet effet que la micro dureté de la surface de l'acier 42CrMo4 est augmentée jusqu'à 60% par la nitruration en bain de sel et qui est de l'ordre de (406-502Hv), tandis que celle du noyau reste inchangée (348 Hv). Par ailleurs, nous avons illustré sur la figure III.18, les profils de microdureté des pièces nitrurées en fonction du temps dans la couche de diffusion. Nous pouvons dire que la micro dureté est améliorée tout en augmentant le temps de nitruration. Et que cette dernière augmente lorsque en allant du cœur vers la surface en atteignant des valeurs à la surface : 545, 565 et 597Hv pour 10, 15 et 20 heures.

Notons aussi une augmentation significative des valeurs de micro-dureté à des petites profondeurs. Par contre celle des échantillons nitrures en bain de sel est dans la gamme de 376-487 HV0.3 et ce pour une profondeur de 100µm. 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.

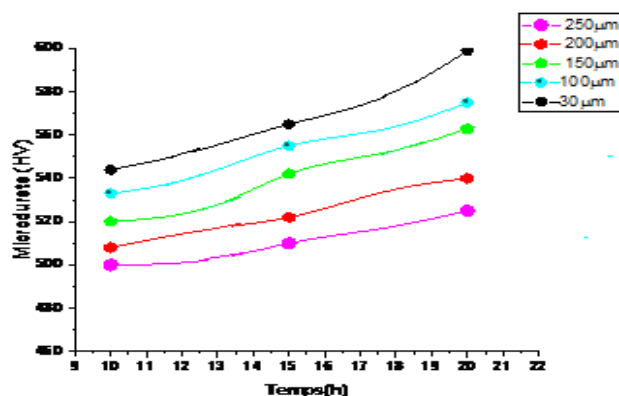


Figure III.18. Profils de micro dureté des pièces nitrurées en fonction du temps à 580°C

III.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 l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration.

III.4.1. Courbes de traction

Sur la figure .III.19, nous avons tracé la courbe de traction avant et après nitruration. La courbe obtenue représente alors 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-Lo)/Lo). Le tableau III.2, Présente les propriétés mécaniques de l'acier brut et nitruré.

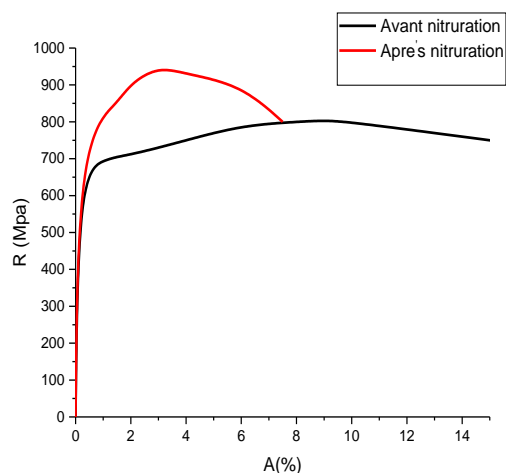


Figure III.19. Courbes conventionnelles de traction de L'acier 42CrMo4 avant et après nitruration

Tableau III.2. Propriétés mécaniques de l'acier brut et nitruré.

| Type d'éprouvette | Re (N/mm ²) | Rm (N/mm ²) | A(%) (L en mm) |
|-------------------|-------------------------|-------------------------|----------------|
| Avant nitruration | 590 | 780 | 15 |
| Après nitruration | 670 | 940 | 08 |

La croissance des propriétés mécaniques telles que les résistances (Rm et Re) après nitruration est remarquable par contre, l'allongement (A) décroît.

Remarque : 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 résistance de rupture et sur la limite élastique, par contre la ductilité peut être fortement réduite.

III.5. Résultats des essais de résilience

Nous nous sommes également intéressés aux essais de résilience réalisés sur des échantillons à entaille V (avant et après traitement de nitruration), dont les résultats sont regroupés sur le tableau III.3.

Tableau III.3. Résultats des essais de résilience (KV) en entaille (V) avant et après nitruration

| Eprouvette | | Avant nitruration | Après nitruration |
|------------|---|-------------------|-------------------|
| Entaille | N | KV(J) | KV(J) |
| V | 1 | 192 | 208 |
| | 2 | 197 | 225 |
| | 3 | 199 | 214 |
| | 4 | 190 | 207 |
| | 5 | 200 | 228 |

A partir de ces valeurs de résilience du tableau III.3. Nous avons pu tracer sur la figures III.20, les courbes de résilience avant et après nitruration et ce pour 5 éprouvettes.

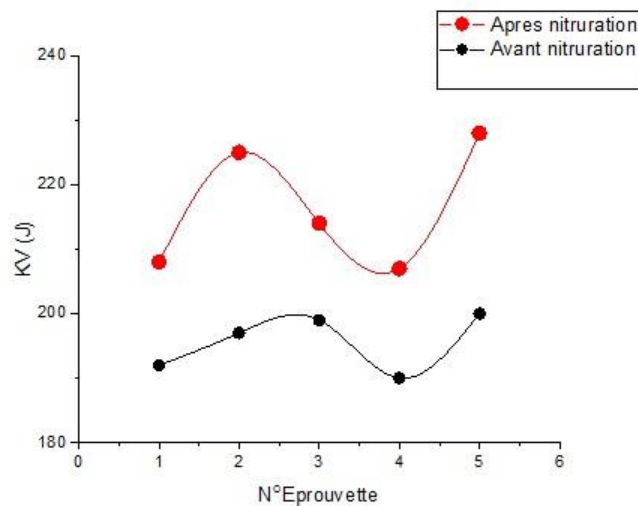


Figure III.20. Résultats des essais de résilience à entaille (V)

Nous constatons d'abord que cette énergie de rupture est plus importante pour les éprouvettes nitrurées avec un écart de l'ordre de (20-25) joules. 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 Microdureté et la contrainte résiduelle sont étroitement liées aux conditions de traitement, à la composition chimique et à la microstructure initiale des pièces.

III.6.Tribologie

L'étude du comportement tribologique de notre nuance d'acier étudié a été réalisée au laboratoire de génie mécanique d'Annaba, en utilisant un tribomètre pion-disque.

III.6.1.Essai de frottement

Le tableau III.4, 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 (Figure III.21).

D'après les résultats de ce tableau, nous constatons que les valeurs du coefficient de frottement des échantillons nitrurés (en bain de sel à 580°C pendant 20h) sont inférieures à celles des échantillons non nitrurés.

Tableau III.4. Les valeurs du coefficient de frottement avant et après nitruration

| Temps(s) | Coefficient de frottement μ | |
|----------|---------------------------------|-------------------|
| | Avant Nitruration | Après Nitruration |
| 0.03 | 0.06884 | 0.011 |
| 105 | 0,3898 | 0.269 |
| 210 | 0.4121 | 0.166 |
| 315 | 0.8323 | 0.432 |
| 420 | 0.4423 | 0.376 |
| 526 | 0.3949 | 0.301 |

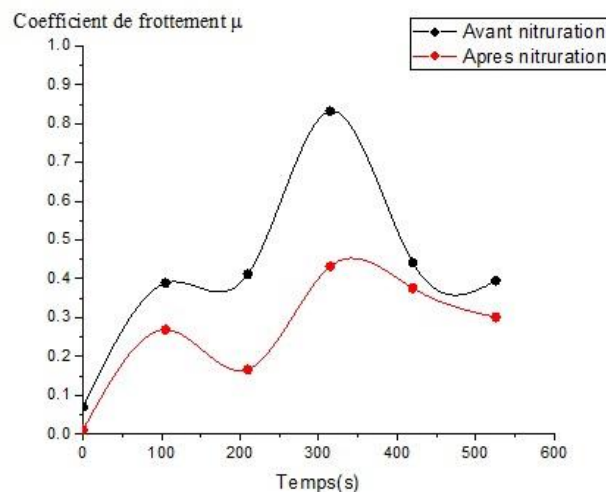


Figure III.21. Coefficient de frottement en fonction du temps pour l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration à 580°C pendant 20h.

Par ailleurs, nous remarquons, que la présence de couche de nitrure (couche de 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.

III.6.2 Essais d'usure

La résistance à l'usure 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 [91,92]. La présence des nitrures ϵ -Fe (N, C) avec un très bon coefficient de frottement de structure hexagonale compact implique de nombreux plans de glissement donc une bonne ductilité de notre acier 42CrMo4. C'est pour cette raison, nous nous sommes penchés sur des tests d'usure par abrasion. Alors pour cela, nous avons considéré lors des différents essais, la relation de la perte de masse absolue en fonction de la distance de glissement parcourue. Nous avons alors soumis des échantillons (traités et non traités) à ces tests d'usure pour pouvoir estimer le degré d'amélioration de l'usure suite au traitement de nitruration en bain de sels.

La figure III.22, 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 20h 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 $1,1 \cdot 10^{-3}$ g.

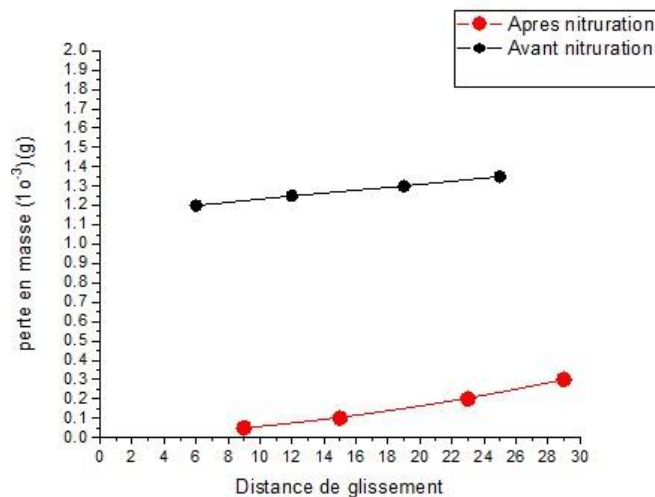


Figure III.22. Perte de masse en fonction de parcoure avant et après nitruration

Comme nous avons représenté sur la figure III.23, l'évolution des courbes d'usure (perte de 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 $1,1 \cdot 10^{-3}$ g.

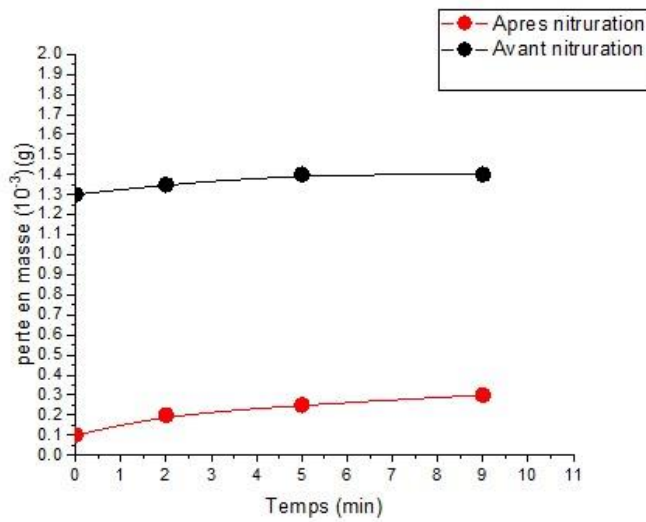


Figure III.23. Perte en masse en fonction du temps avant et après nitruration

Sachant que la vitesse de rotation du disque est de 60tr/min et le rayon du cercle est de 3mm, nous pouvons déterminer le taux d'usure en utilisant l'équation d'Achard [93].

$$k_u = \frac{V_u}{F_N D_g} \quad \text{(III.1)}$$

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

L'équation d'Achard implique que si k_u est constant pour un système de glissement donne alors le volume du matériau perdu sera proportionnel à la distance de glissement. Cette équation est pertinente pour des contacts plastiques elle ne peut s'appliquer qu'aux contacts élastiques.

Les valeurs du taux d'usure k_u se calculent en utilisant la formule précédente et elles sont présentées sur le tableau III.5.

Tableau III.5. Coefficient d'usure k_u

| Echantillon | Coefficient d'usure k_u ($m^3 N^{-1} m^{-1}$) $\times 10^{-3}$ | |
|-------------|--|-------------------|
| | Avant nitruration | Après nitruration |
| 1 | 6.32 | 0.443 |
| 2 | 6.52 | 0.591 |

| | | |
|---|------|-------|
| 3 | 6.83 | 0.897 |
| 4 | 7.19 | 1.011 |

D'après ces résultats du tableau, nous avons pu illustrer sur la figure III.24, l'histogramme comparatif des coefficients d'usure, nous pouvons remarquer que les échantillons nitrurés présentent un taux d'usure plus faible que ceux de l'avant nitruration.

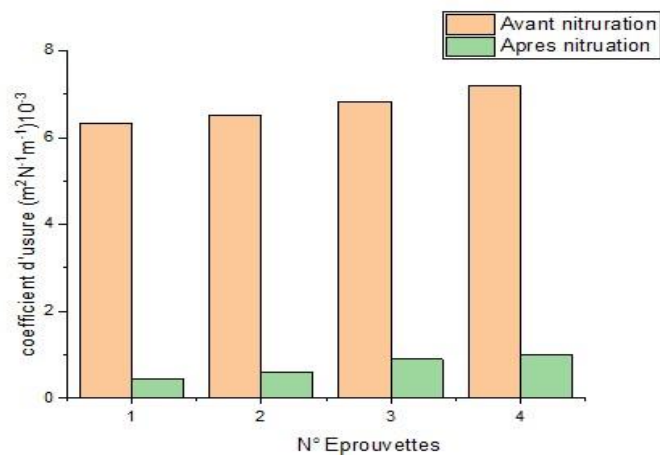


Figure III.24. Histogramme comparatif des coefficients d'usure avant et après nitruration

Les résultats obtenus ont montré une amélioration du comportement tribologique de l'acier nitruré. En effet, les coefficients de frottement pour l'acier nitruré obtenu sont nettement plus faible que celui de l'acier non traité, donc la nitruration augmente d'une manière significative les propriétés tribologiques des aciers.

Conclusion générale

L'objectif de cette étude était d'étudier le comportement mécanique des aciers traités par nitruration en bain de sel. Ceci dans le but de comparer leur comportement avant et après le traitement.

Sur la base de nos résultats issus des investigations entreprises, les conclusions suivantes peuvent être tirées:

Les observations microscopiques nous ont permis de délimiter la couche de nitruration et la microstructure de l'acier étudié.

L'imagerie par microscope optique a bien montré l'existence de la couche de combinaison et de diffusion de la couche traitée et de la porosité au niveau du substrat.

A partir des observations microscopiques, nous avons trouvé que la structure obtenue après nitruration en bain de sels est une structure compacte et poreuse formée de nitrures ϵ -Fe₂₋₃N et γ' -Fe₄N et des oxydes de fer après l'introduction simultanée d'azote et du carbone. Cette structure des couches nitrurées nous a permis d'améliorer les propriétés surfaciques des aciers.

On peut conclure que la nitruration en bain de sels a permis d'améliorer les propriétés mécaniques de l'acier 42CrMo4 (la limite élastique, la limite à la rupture, la dureté de surface et la résilience), par contre la ductilité est médiocre dans ces conditions d'étude.

Les tests tribologie révèlent une augmentation de la résistance à l'usure et la résistance au frottement après nitruration en bain de sel.

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 la cémentation et la 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.

Référence

- [1] L. Marot « Développement d'un nouveau système d'implantation ionique en immersion plasma et analyses des processus de nitruration ». Thèse de doctorat, Université de Poitiers, France (2001).
- [2] N. Sahraoui et A. Koriche « Etude d'élaboration et Caractérisation des Composés métallique revêtant Les acier ». Thèse de master, Université Mohamed Boudiaf - M'sila (2017).
- [3] O. Belahssen « Etude comparative du comportement chimique et Tribologique des aciers nitrurés ». Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider - Biskra (2013).
- [4] D. Ghiglione, C. Leroux, C. Tournier, Nitruration, nitrocarburation et dérivés, Technique de l'ingénieur, M 1227, (2003). pp. 1- 44.
- [5] <http://fbi.bodycote.com/ressources/Nitrurations.pdf>.
- [6] B. Grellet, Journées spécialisées du CACEMI, Paris, (1999).
- [7] C. Leroux, Les procédés de nitruration appliqués aux outillages de forges à chaud, (Pub), CETIM, (1995), pp.51
- [8] S. Tlili-Djaouahdou « Elaboration et Caractérisation des Revêtements durs de Molybdène et des Couches Nitrocarbures Déposés sur une Fonte Grise ». Thèse de doctorat Université Badji Mokhtar – Annaba (2013).
- [9] E. Ghelloudje « Etudes des comportements mécaniques des aciers nitrurés ». Thèse de doctorat Université Abbés laghrou – kenchela (2018).
- [10] R. Huang, J. Wang, S. Zhong, M. Li, J. Xiong, H. Fan « Surface modification of 2205 duplex stainless steel by low temperature salt bath nitrocarburing at 430°C ». Applied Surface Science 271 (2013) 93–97.
- [11] 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

- [12] Article intitulé : Nitruración en sales: se aplicasorbepiezasacabadas – <http://www.interempresas.net/MetalMecanica/FeriaVirtual/Producto-Nitruración-en-sales-Tenifer-64228.html>
- [13] H. Michel, M. Gantois, Mécanismes de nitruration des alliages ferreux et perspectives d'évolution des procédés de traitement. ATTT, La nitruration, Recueil de conférences, Paris, (1993).
- [14] A. Polak, J. Grzybek, The mechanism of changes in the surface layer of gray cast iron automotive brake disc, *Materials Research*, (2005).
- [15] G. BERANGER, G. HENRY, G. LABBE, and P. SOULIGNAC. Les aciers spéciaux. Lavoisier, Technique et documentation, 1997. (Cité en pages vii et 4.)
- [16] G. Fallot « Rôle du carbone lors de la nitruration d'aciers de construction et influence sur les propriétés mécaniques » thèse de doctorat, Université Paris Thec, (2015).
- [17] <https://www.bodycote.com/traitement/traitemen/traitemen-thermochimique>.
- [18] Article intitulé: Nitruración gaseous: it allows to obtain layers to the letter <http://www.interempresas.net/Mechanical-Components/companies-products/product-Nitruración-gaseous-Nitreg-16468.html>
- [19] O Bartier « Effet d'une nitruration par plasma d'ions sur la fragilisation par l'hydrogène d'un acier à haute Résistance ». Thèse de doctorat, Université des sciences et technologies de Lille, (1996).
- [20] M. B. Karamis, *Thin Solid Films* 217, 1992, 38-47
- [21] Y. RERARI « Cémentation, Nitruration des aciers faiblement alliés Amélioration des propriétés d'usure et de frottement ». Thèse de magister Université Badji Mokhtar-Annaba, (2012).
- [22] D. Ghiglione, C. Leroux et C. Tournier Nitruration, nitrocarburation et dérivés. *Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques M1227* (2000) 20-21
- [23] D. Chaouch « Etude expérimentale du comportement Mécanique de l'acier 42CD4 ». Thèse de doctorat, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, (2012).

- [24] Q. Auzoux « Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques- Influence de l'écrouissage sur L'endommagement intergranulaire » Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, (2004).
- [25] T. Ogura, Temper embrittlement diagram of NiCr steel doped with phosphorus, Metallurgical and materials transactions A. 12 (1982) 2205-2207.
- [26] A. Bouamara et D. Zeddou « Etude de la résistance à la corrosion par la couche nitrurée obtenue sur l'acier faiblement allié 42CrMo4 » Mémoire fin d'étude master, université A.Mira de Bejaia, (2014).
- [27] METIN (E.), INAL (O. T.). Formation and Growth of Ion Nitrides during Ion-Nitriding. Journal of Materials Science, Vol. 22, (1987), pp. 2783-2788.
- [28] J. P. Peyre, Y. M. Chen, D. Duchateau «Amélioration du comportement en frottement et de la résistance à l'usure par traitements thermiques et thermo-chimiques ».Revue traitement thermique 315 (1999) 19-25.
- [29] J. Hertz « Diagrammes d'équilibre – alliages binaires ». Techniques de l'ingénieur (1999).
- [30] B. Hocheid et P. Poupeau. « Alliages ternaires ». Technique de l'Ingénieur - Métallurgie, 1956, pp. M76, 2/1215.
- [31] Laurent Barrallier « Genèse des contraintes résiduelles de nitruration étude expérimentale et modélisation » Thèse de doctorat, l'Ecole Nationale Supérieure Arts et Métiers Paris Tech, (1992).
- [32] H.J. GOLDSCHMIDT. Interstitial alloys. Butterworths and Co Ltd, 1967. (Cité en pages xiii, 9, 10, 11, 14, 20 et 23.)
- [33] D. GERARDIN, H. MICHEL, J.P. MORNIROLI, and M. GANTOIS. « Etude microstructurale des couches nitrurées du fer pur obtenues par bombardement ionique ». Mémoires Scientifiques Revue Métallurgie, (1977). (Cité en pages 10 et 11.)
- [34] J. BARRALIS, L. CASTEX, and 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). (Cité en pages 10, 11 et 22.)

[35] D. GHIGLIONE, C. LEROUX, and C. TOURNIER « Nitration, nitrocarburation et dérivés ». Techniques de l'ingénieur, M1227, 1996. (Cité en pages vii, 4 et 11.)

[36] H.C.F. ROZENDAAL, P.F. COLIJN, and E.J. MITTEMEIJER. Morphology, composition and residual stresses of compound layers of nitrocarbured steels. Surface Engineering, 1:30–43, 1985. (Cité en page 11.)

[37] M.P. ALANOU, H.P. EVANS, and 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(2) :37–93, 2004. (Cité en pages 4 et 11.)

[38] L. TORCHANE J. DULCY and M. GANTOIS. Mécanismes de formation et cinétique de croissance des couches nitrurées. Traitement Thermique, 341 :19–26, 2002. (Cité en pages vii, viii, 11, 13, 16, 17, 23, 24, 25, 26, 48, 49, 50, 53, 54, 58, 60, 62, 65, 81 et 106.)

[39] J. MICHALSKI, J. TACIKOWSKI, P. WACH, E. LUNARSKA, and H. BAUM. Formation of single-phase layer of γ -nitride in controlled gas nitriding. Metal Science and Heat Treatment, 47 :516–519, 2005. (Cité en page 11.)

[40] S. S. HOSMANI, R.E. SCHACHERL, and E.J. MITTEMEIJER. Compound layer formation on iron-based alloys upon nitriding; phase constitution and pore formation. HTM, 63 :139–146, 2008. (Cité en pages 11, 50 et 53.)

[41] F. MAHBOUBI, M. SAMANDI, D. DUNNE, A. BLOYCE, and T. BELL. Study of aluminium nitride precipitation in pure Fe-Al-N alloy by thermoelectric power measurements.

Surface and Coatings technology, 71 :135–141, 1995. (Cité en page 11.)

- [42] L. TORCHANE J. DULCY and M. GANTOIS. Mécanismes de formation et cinétique de croissance des couches nitrurées. *Traitement Thermique*, 341 :19–26, 2002. (Cité en pages vii, viii, 11, 13, 16, 17, 23, 24, 25, 26, 48, 49, 50, 53, 54, 58, 60, 62, 65, 81 et 106.)
- [43] E. LEHRER. Uber das eisenwasserstoff-ammoniakgleichgewicht. *Z. Elektrochemie*, 6:383–392, 1930. (Cité en pages vii et 13.)
- [44] Caroline GINTER « influence des éléments d’alliage sur les mécanisme de nano-précipitation et sur les mécanismes de durcissement d’alliage modèles (Fe-Cr et Fe-Cr-C) ET d’aciers industrielles nitrurés ». Thèse de doctorat, université de Lorraine, (2006).
- [45] H.J. GOLDSCHMIDT; *Interstitial Alloys*; Butterworth and Co Ltd (1967)
- [46] D.H. JACK, K.H. JACK; *Carbides and Nitrides in Steel*; *Materials Science and Engineering* 11 (1973) p.1-27
- [47] 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) p.2415-2422
- [48] F. Lévy, P. Hones, P.E. Schmid, R. Sanjinés, M. Diserens, C. Wiemer, *Surface and Coatings Technology* 120-121 (1999) 284-290.
- [49] A. Zairi « Elaboration et Caractérisation de revêtements à base de nitrure de chrome par pulvérisation cathodique magnétron en condition réactive : propriétés mécaniques et tribologiques ». Thèse de doctorat, L’École Nationale Supérieure d’Arts et Métiers université Paris Thec, (2013).
- [50] M.A. CISNEROS GUERRERO « 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).
- [51] K. BORN, W. KOCH ; *Einfluss des Aluminiums auf die EigenschaftenweicherunlegierterStähle* ; *Stahl und Eisen* 72 (1952) 21 p.1268-1277

- [52] K.J. IRVINE, F.B. PICKERING, T. GLADMAN ; Grain refined C-Mn steels ; The Iron and Steel Institute Journal 205 (1967) p. 161-182
- [53] J.T. MICHALAK, R.D. SCHOONE ; Recrystallization and Texture Development in a Low-Carbon, Aluminum-Killed Steel ; Transactions of the metallurgical society of AIME 242 (1968) p.1149-1160
- [54] F.G. WILSON, T. GLADMAN; Aluminium nitride in steel; International Materials Reviews 33 (1988) p.221-287
- [55] M. HANSEN, K. ANDERKO; Constitution of binary alloys; 2nd Edition New York Mc Graw Hill (1958) p. 91
- [56] 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)
- [57] V. GUETAZ ; Caractérisation de l'état d'engagement de l'azote au cours du processus de transformation d'aciers calmés à l'aluminium - Conséquences sur les propriétés d'emboutissabilité après recuit continu ; Thèse INSA Lyon (2002)
- [58] 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) p.1004-1011
- [59] 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) p.1281-1299
- [60] G. Maeder, L. Castex, V. Djafari et P. Poupeau. Précontraintes et traitement superficiels, 1991.
- [61] Ralph I, Stephens, Ali Fatemi et all, Metal fatigue in engineering, second edition.1980.

- [62] y. rerari « Cémentation, Nitruration des aciers faiblement alliés Amélioration des propriétés d'usure et de frottement ». thèse de magister, Université Badji Mokhtar-Annaba, (2012).
- [63] E. J. Mittemeijer, *Proceeding of Heat Treatment* 83, 161 (1983)
- [64] D.H. Jack, S. Winnick « Effect of process Variables on the Fatigue Resistance of Nitrided steel” .*Proceeding of Heat Treatment* 79(1979) 169-177.
- [65] P. De la Cruz, M. Odén et T. Ericson, *Mater. Sci. Eng. A.* 242, 181 (1998)
- [66] Y. Sun, T. Bell, *Mat. Sci. Eng. A*140, 419 (1990)
- [67] K. Genel, M. Dmrikol, M. Çapa, *Mater. Sci. Eng. A*279, 207 (2000)
- [68] D. A. Hills, D. Nowell, A. Sackfield, *Mechanics of Elastic Contacts*, Butterworth et Heinemann, London, (1993) 295–298
- [69] A. Limouni, *Etude dynamique, théorique et expérimentale des essais de frottement pion-disque*, Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne, (1998)
- [70] R. A. Ibrahim, *Friction - Induced vibration, chatter, squeal, and chaos: Part II - Dynamic and Modeling*, ASME, DE - Vol. 49, 1992, 123-138.
- [71] D. F. Moore, *Principles and applications of tribology*, edit. PERGAMON PRESS (1975)
- [72] I. M. Hutchings, *Tribology. Friction and wear of engineering materials*, edit. EDWARD ARNOLD (1992)
- [73] H. Czichos, *Tribology series, 1. Tribology*, edit. ELSEVIER (1978)
- [74] ASM INTERNATIONAL « *Metals Handbook: Friction, Lubrication and Wear technology* ». Volume 18 (1992).
- [75] C. Saied, A. Chala, O. Belahssen, S. Benramache « Tribological behavior of 42CrMo4 steel nitrided by plasma ». *Acta Metallurgica Slovaca* 21 (2015) 220-225.

- [76] Ş. Ekinçi, A. Akdemir, M.t. Demirci « Effect of Surface Roughness OF Salt Bath Nitrided AISI 4140 to the Wear Rate ». 6th International Advanced Technologies Symposium (IATS'11) (2011)16-18.
- [77] J. Barralis, G. Maeder, Précis de métallurgie: Elaboration, structures-propriétés et normalisation, Nathan, Avril 1990.
- [78] H. J. Goldschmidt « Interstitial Alloys ». Butterworths and Co Ltd (1967).
- [79] D. NOBILI and P. Guyot, Influence du revenu et de la dimension de grain sur les propriétés mécaniques du S.A.P, Journal of Nuclear Materials, vol. 12 (1964) pp.
- [80] N. Cavallo, Contribution à la validation expérimentale de modèles décrivant la ZAT lors d'une opération de soudage, thèse de doctorat, INSA Lyon, 1998.
- [81] I. Yu. Pyshmintsev, G. Yu. Eismontd, V.Yu. Yudin, D. V. Shaburov, V. B. Zakharov, Hardening of large forgings in water-air mixture, Metal science and heat treatment, N°. 3, pp. 24-28, March 2003.
- [82] S. Bouterfif, L. Brahmi « Influence de la température et de la composition chimique sur la cinétique de diffusion de l'azote en phase austénitique ».Thèse de master, Université EL-Arbi Télessi –Télessa, (2016).
- [83] A. Ellermann, B. Scholte « The Bauschinger Effect in Different Heat Treatment Conditions of 42CrMo4”. International journal of structural changes in solids 3(2011)1-13.
- [84] 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.
- [85] 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.
- [86] D. Girton, JY. Moraux « l'acier 32CrMoV13 nitruré pour application aéronautique » (2002).
- [87] 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. Res98

(2007)1086-1092.

[88] F. Ashrafizadeh « Influence of plasma and gas nitriding on fatigue resistance of plain carbon (Ck45) steel. Coat. Tech 173(2003) 1196-1200.

[89] H. Michel, M. Gantois « Mécanisme de la nitruration des alliages ferreux et perspectives d'évolution des procédés de traitement ». Journées ATTT(1993).

[90] 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).

[91] 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.

[92] 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 application". Surf. Coat. Tech 52 (1992) 57-64.

[93] L. Avril « Elaboration de revêtements sur acier inoxydable simulation de la fusion par irradiation laser caractérisation structural, mécanique et tribologique ».Thèse de doctorat, L'école nationale supérieure d'arts et métiers Angers, France (2003).

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 utilisées 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 métallurgiques des couches nitrurées ont été mises en évidence par les techniques d'investigation de rayon X, dureté, résilience, traction, usure.

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

Abstract

The objective of our study is based on the mechanical behavior of the 42CrMo4 steel grade before and after nitriding in a salt bath. This grade is intended for the manufacture of highly stressed mechanical parts used in aeronautics and cutting tools. In fact, the increase in the percentage of nitrogen and carbon leads to the formation of a combination layer, dramatically increases the thickness of the diffusion layer and improves the mechanical and tribological properties of the treated part. The mechanical, tribological and metallurgical properties of the nitride layer have been demonstrated by X-ray investigation techniques, hardness, resilience, traction and wear.

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

ملخص

يستند هدف دراستنا على السلوك الميكانيكي للصلب 42 كروم موليبدان 4 قبل وبعد النتردة في حمام الملح. هذه الفئة مخصصة لتصنيع الاجزاء الميكانيكية شديدة الإجهاد المستخدمة في صناعة الطيران و أدوات القطع، تؤدي الزيادة في النسبة المئوية للنتروجين والكربون إلى تكوين طبقة مركبة، مما يزيد بشكل كبير من سمك طبقة الإنتشار ويحسن الخواص الميكانيكية والتقليدية للجزء المعالج. لقد تم إثبات الخواص الميكانيكية والقبليية والمعدنية لطبقة النتريد من خلال تقنيات فحص الأشعة السينية، الصلابة، المرونة، الجر والتآكل

كلمات البحث: 42 كروم موليبدان 4، النتردة، طبقة الجمع، طبقة الإنتشار، السلوك الميكانيكي، فحص المجهر الإلكتروني.