



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

Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme de Master (L.M.D)

Spécialité : Génie Mécanique

Option : Génie des Matériaux

Thème

Effet du temps de maintien et la température sur l'épaisseur de la couche durcie lors d'un traitement superficiel

Présenté par : - Guessoum Med Salah

- Boucherit Ahmed

Devant le jury

- Dr.Touati Sofiane Encadrant
- Dr. Boulahrouz Salim Président
- Dr.Allaoui Abdelhalim Examineur

Année universitaire : 2021-2022

Remerciement

*Je loue Dieu tout puissant qui m'a donné force et Courage pour
achever ce travail.*

*Je remercie particulièrement notre encadrant **Touati Sofiane***

*Je remercie aussi le docteur **Boulahrouz salim**, et le docteur
Alaoui Abdelhalim pour l'intérêt qu'ils ont accordé à notre
travail et pour avoir accepté d'être examinateurs de notre mémoire.*

Un grand merci à :

*Ceux que personne ne peut compenser les sacrifices qu'ils ont
Consentis pour mon éducation et mon bien-être : Mes très chers
Parents, tous mes frères, Tous mes amis sans exception (hamza,
mahmoud, ahmed ,Nabil, Mimou, Hassaine, rami, khalifa, abde elattife,
anise, tauti)*

*Nous remercierons aussi toutes mes amies de spécialités « Génie des
Matériaux». Et tous nous enseignants du département de Génie
Matériaux
qui m'ont encouragé à donner le meilleur de nous- même en assurer une
formation aussi meilleure que possible.*

Guessoum Med Salahi

Remerciement

*Je loue Dieu tout puissant qui m'a donné force et Courage pour
achever ce travail.*

*Je remercie particulièrement notre encadrant **Touati Sofiane***

*Je remercie aussi le docteur **Boulahrouz salim**, et le docteur
Alaoui Abdelhalim pour l'intérêt qu'ils ont accordé à notre
Travail et pour avoir accepté d'être examinateurs de notre mémoire.*

Un grand merci à :

*Ceux que personne ne peut compenser les sacrifices qu'ils ont
Consentis pour mon éducation et mon bien-être : Mes très chers
Parents, tous mes frères, Tous mes amis sans exception (Saïd, Touati,
Nabil, Mimou, Hassaine, Hosni, khalifa, Aymen, Farouk, Yasser, adel)
Nous remercierons aussi toutes mes amies de spécialités « Génie des
Matériaux». Et tous nous enseignants du département de Génie
Matériaux*

*qui m'ont encouragé à donner le meilleur de nous- même en assurer une
formation aussi meilleure que possible.*

BOUCHERIT AHMED

RÉSUMÉ

ملخص :

يهدف هذا العمل إلى تحسين الصلابة الدقيقة (H) ، وسمك الطبقة المتصلبة (CSD) ومحتوى الكربون (%C) لصلب XC10 باستخدام المعالجة الحرارية الكيماوية الكربونية للغاز. تم تطبيق تصميم تاغوشي للتجربة من خلال 9 تجارب بناءً على تصميم L9 متعامد باستخدام العوامل التالية: معدل تدفق الكربون (0.9% ، 1% و 1.2%) ، درجة الحرارة (900 درجة ، 920 درجة و 940 درجة) ووقت الانتظار (4 ساعات و 5 ساعات و 6 ساعات). تم إجراء تحليل إحصائي للنتائج بناءً على تحليل ANOVA لتحديد أهم المعلمات التي تؤثر على الاستجابات التجريبية. تم وضع نهج دالة الاستحسان للعثور على العوامل المثلى لتعظيم H و CSD و %C. أظهرت معالجة الكربنة بالغاز زيادة قوية في: الصلابة الدقيقة البالغة 815 HV وسمك الطبقة المتصلبة بأكثر من 1400 ميكرومتر والكربون محتوى 0.88%.

Résumé :

Ce travail vise à optimiser la micro-dureté (H), l'épaisseur de la couche durcie (CSD) et le teneur en carbone (%C) de l'acier XC10 à l'aide d'un traitement thermochimique de cémentation gazeuse. La plan d'expérience Taguchi a été appliquée avec 9 expériences sur la base d'un plan orthogonal L9 utilisant les facteurs suivants : le débit de carbone (0,9 %, 1 % et 1,2 %), la température (900°, 920° et 940°) et le temps de maintien (4h, 5h et 6h). Une analyse statistique des résultats a été réalisée sur la base de l'analyse ANOVA pour identifier les paramètres les plus significatifs affectant les réponses expérimentales. Une approche de fonction de désirabilité a été établie pour trouver les facteurs optimaux pour maximiser : H, CSD et % C. Le traitement de cémentation gazeuse a montré une forte augmentation de : la micro-dureté de 815 HV, l'épaisseur de la couche durcie avec plus de 1400 µm, et le teneur en carbone de 0.88%.

Abstract

This work aims to optimize the micro-hardness (H), thickness of the hardened layer (CSD) and carbon content (%C) of XC10 steel using a gas carburizing thermochemical treatment. The Taguchi design of experiment was applied with 9 experiments based on an orthogonal L9 design using the following factors: carbon flow rate (0.9%, 1% and 1.2%), temperature (900°, 920° and 940°) and holding time (4h, 5h and 6h). A statistical analysis of the results was performed based on ANOVA analysis to identify the most significant parameters affecting the experimental responses. A desirability function approach was established to find the optimal factors to maximize: H, CSD and % C. The gas carburizing treatment showed a strong increase in: micro-hardness of 815 HV, thickness of the hardened layer with over 1400 µm, and carbon content of 0.88%.

Sommaire

Introduction générale :	1
CHAPITRE I : ACIERS, TRAITEMENT THERMIQUE (SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE)	
I.1.Introduction :	4
I.1.1 Définition de l'acier.....	5
I.1.2 Différents types des aciers	5
I.1.2.1 Les aciers d'usage général.....	5
I.1.2.2 Acier à outils.....	5
I.1.2.3 Aciers de traitement thermique.....	6
I.1.2.4 Acier inoxydable.....	7
I.1.3 Les propriétés mécaniques des aciers.....	7
I.2 LES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES :	
I.2.1 Introduction :	9
I.2.2 Cémentation :	9
I.2.3 Techniques de cémentation :	10
I.2.4 Profondeur cémentée :	14
I.2.5 Traitements thermiques après la cémentation :	14
I.2.6 Aciers pour cémentation :	15
I.2.7 Le diagramme d'équilibre fer-carbone :	16
I.2.8 Les alliages fer-carbone :	17
I.2.9 La constitution des aciers au carbone :	19
I.3 conclusion.....	21

Chapitre II : PREPARATION DES EXPERIENCES

II.1 Introduction :	23
II.2 Objectifs :	23
II.3 Environnement expérimental :	23
II.3.1 Matériau d'étude :	23
II.3.2 Préparation des échantillons pour le traitement :	24
II.3.3 Technique de traitement thermochimique et thermique :	26
II.3.4 Caractérisation d'état de surface des échantillons après traitement :	28
II.3.5 Préparation des échantillons après traitement :	29
II.3.6 Caractérisation des couches cémentées par dureté :	29
II.3.7 Caractérisation des couches cémentées par analyse chimique :	34
II.4 Conclusion	35

Chapitre III : partie expérimentale

III.1 Introduction	34
III.2 Résultats Et Discussion	34
III.3 Analyse de la variance (ANOVA)	35
III.3.1 Analyse de la variance ANOVA pour de la Dureté	35
III.3.2 Analyse de la variance ANOVA pour Épaisseur de la couche durcie	36
III.4 La microstructure de l'acier XC10	37
III.4.1 La microstructure des échantillons a l'état brut	37
III.4.2 Analyse de la Microstructure des échantillons a l'état initial du traitement par cémentation (traitement initial)	37
III.4.3 Analyse de la Microstructure des échantillons a l'état final du traitement par cémentation (traitement final)	39
III.5 Analyse de la régression linéaire	40
III.5.1 Analyse de régression de la Micro-dureté	40

III.5.2 Analyse de régression de l'épaisseur CSD	40
III.6 Comparaison entre les valeurs mesurées et prédites	
III.6.1 Comparaison entre les valeurs mesurées et prédites pour la dureté	41
III.6.2 Comparaison entre les valeurs mesurées et prédites pour l'épaisseur CSD.....	41
III.7 Optimisation des paramètres du traitement de cémentation gazeuse.....	42
Conclusion générale et perspectives.....	45
Références bibliographiques.....	48

LISTE DES FIGURES

Liste des figures du chapitre I :

Figure I.1. Traitement thermique.....	6
Figure I.2. La résistance à l'abrasion .[10].....	8
Figure I.3 Austénite résiduelle dans une couche cémentée et durcie par trempe .[25].....	12
Figure I.4 Micrographie d'une couche cémentée par plasma pendant 2 h d'un acier SUS 31.[26].....	12
Figure I.5 profondeur conventionnelle de cémentation .[27].....	13
Figure I.6 Le diagramme de phase fer-carbone. [20].....	17
Figure I.7 La solution solide d'insertion.....	18
Figure I.8 Micrographie représentant de la ferrite.....	19
Figure I.9 Micrographie représentant de l'austénite.....	19
Figure I.10 La molécule de cémentite (ou carbure de fer).....	20
Figure I.11 Micrographie représentant de la cémentite globulaire après un traitement de sphéroïdisation.....	20

Liste des figures du chapitre II :

Figure II.1: spectromètre SPECTROMAX.	2
Figure II.2 : Tour parallèle.	25
Figure II.3 : Echantillons primaires	25
Figure II.4 : Rectifieuse plane	25
Figure II.5: chaine de traitement thermique SOLO.....	26
Figure II.6 : Poste de mesure combiné MarSurf XCR 20.....	28
Figure II.7 : Machine de fil coupant ONA et échantillon secondaire.....	29
Figure II.8 : Polisseuse mécanique+ Machine de polissage fin.....	30
Figure II.9 : Procédé d'attaque chimique.....	32

Figure II.10 : Equipement de microscope optique Leika.....	33
Figure II.11 : Duromètre SHANDONG YEXIAN HR 150 A.....	34

Liste des figures du chapitre III :

Figure III.1 Microstructure des échantillons a l'état brut.....	37
Figure III.2 La microstructure du Cœur de l'acier traité par la cémentation (traitement initial).	38
Figure III.3 La microstructure la couche superficielle durcie de l'acier traité par la cémentation (traitement initial).....	39
Figure III.4 La microstructure du Cœur de l'acier traité par la cémentation (traitement final) ..	39
Figure III.5 La microstructure la couche superficielle durcie de l'acier traité par la cémentation (traitement final).....	40
Figure III.6 Comparaison entre les valeurs mesuré et prédite pour la dureté.....	42
Figure III.7 Comparaison entre les valeurs mesuré et prédite pour CSD.....	43
Figure III.8. Graphique d'optimisation de la réponse pour les paramètres de la cémentation du gazeuse.....	44

LISTE DES TABLEAUX

Liste des tableaux du chapitre II :

Tableau II.1: composition chimique de l'acier XC10.....	2
Tableau II.2: Paramètres de traitement.....	26

Liste des tableaux du chapitre III :

Tableau III.1 Attribution des niveaux de facteurs.....	34
Tableau III.2. L9 Plans d'expériences établis selon la méthode Taguchi et leurs valeurs moyennes expérimentales avec leurs rapports signal/bruit.....	35
Tableau III.3. ANOVA pour le modèle Contenu en carbone.....	36
Tableau III.4 Analyse de la variance ANOVA pour CSD.....	36
Tableau III.5. Les valeurs mesurées et prédites.....	41
Tableau III.6. Les meilleures solutions pour les paramètres du traitement de cémentation au gazeuse avec les réponses correspondantes.....	44

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale :

Le traitement thermique en masse augmente les propriétés mécaniques des aciers, mais en même temps réduit leur ténacité. Pour de nombreuses applications, cependant, les propriétés de la surface (par exemple, la dureté de surface et la résistance à l'usure) sont d'une importance primordiale. Dans ces cas, il est préférable de ne traiter que la surface de la pièce afin que son cœur, de résistance modérée, conserve une bonne ténacité. Le résultat est de changer la composition physico-chimique de régions superficielles minces de quelques dizaines de micromètres à quelques millimètres, tout en préservant les propriétés de la région centrale. En pratique, il existe deux types de traitements de surface : les trempes superficielles, appliquées uniquement à la surface des pièces, et les traitements thermochimiques, qui modifient la composition de la surface. Dans les deux cas toutefois, la pièce traitée est hétérogène, car, entre le cœur et la surface, il s'établit un gradient de structure et de propriétés.

La qualité de surface est une exigence clé des consommateurs en raison de son impact sur les performances du produit. Les propriétés de la surface usinée ont un impact majeur sur la capacité du matériau à résister aux contraintes thermiques, aux frottements et à la corrosion.

L'application de la conception expérimentale est en augmentation. La méthode de conception expérimentale permet une recherche expérimentale planifiée. Nous avons utilisé une analyse de régression linéaire et l'analyse ANOVA pour optimiser l'effet des paramètres de traitement thermochimique (cémentation par carbone) sur la dureté, l'épaisseur de la couche de surface. Le but de cette étude était d'une part d'étudier l'effet des paramètres de cémentation (flux de carbone, température et temps de maintien) sur la microstructure des surfaces sous traitement, et d'autre part de sélectionner les paramètres optimaux dans le cas de la cémentation. Acier (XC10) pour une configuration choisie à partir d'un minimum d'essais.

Ce mémoire s'articule sur trois chapitres.

- Le premier sera consacré à des rappels théoriques sur la notion ACIERS, traitements thermiques et thermochimiques.
- Le deuxième chapitre sera consacré à la présentation du matériau, objectifs, et à la description des traitements appliqués et aux procédures expérimentales utilisées après notre traitement conditionné pour les caractérisations microstructurales et mécaniques.
- Enfin le troisième chapitre sera destiné à une présentation d'un état d'art sur la méthode des plans d'expérience. Une préparation des résultats du traitement appliqué à notre matériau d'étude nous a conduits à déterminer les effets des paramètres de cémentation la dureté superficielle et la profondeur de cémentation.

**CHAPITRE I : LES ACIERS, TRAITEMENT
THERMOCHIMIQUE
(SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE)**

I.1 Introduction

L'acier est un matériau de grand intérêt industriel en raison de sa polyvalence. La métallurgie, l'industrie des machines, l'industrie de la construction utilisent toutes l'acier comme matériau de base. La grande variété de ses nuances et la possibilité de traitement thermomécanique des propriétés mécaniques de ces aciers lui permettent de couvrir une gamme d'applications extrêmement large. Leurs propriétés mécaniques sont étroitement liées à la microstructure de l'alliage et donc à la composition de l'alliage et au traitement thermique appliqué. Enfin, leur faible coût présente un grand intérêt pour leur utilisation. Les éléments d'alliage jouent un rôle majeur dans les différentes phases de transformation de l'acier. Par conséquent, l'étude de leur rôle, de leurs effets et des conditions dans lesquelles ils se produisent est une étape importante dans la compréhension des différentes propriétés des alliages. Ces éléments influent sur les différentes propriétés en modifiant les transformations, leur cinétique, et par conséquent, les microstructures obtenues.

I.1.1 Définition de l'acier

L'acier est essentiellement un alliage de fer et de carbone qui contient certains autres éléments qui ont été introduits en petites quantités lors de son développement (par exemple, dans les aciers alliés, des éléments d'alliage sont introduits pour modifier les propriétés de "l'acier").[1]

Dans tous les cas, la teneur en carbone de l'acier varie de (0,008 à 2,11 % en masse), et selon la quantité et la teneur en éléments d'alliage ajoutés au fer, l'acier présente une très grande variété de teintes. On peut classer divers types d'alliages à base de fer selon leur composition chimique ou selon leur domaine d'utilisation, la production d'acier se divise en plusieurs secteurs selon les matières premières utilisées et les procédés utilisés.[2]

I.1.2 Différents types des aciers

I.1.2.1 Les aciers d'usage général

Ces aciers se définissent principalement par leurs propriétés mécaniques. Leur résistance mécanique est de 500 MPA à la rupture et de 350 MPA à la limite élastique ; ils sont ductiles du fait de leur faible teneur en carbone (pas plus de 0,2 %) ; et leur allongement relatif avant rupture est d'environ 25 %. Exemple : S355, E335

I.1.2.2 Acier à outils

L'acier à outils est dur, résistant à la chaleur et aux rayures. Ils sont appelés aciers à outils car ils sont couramment utilisés pour fabriquer des outils métalliques tels que des outils d'emboutissage, de découpe, de fabrication de matrices, etc. L'acier à outils est composé de différentes teneurs en vanadium, cobalt, molybdène et tungstène, ce qui améliore sa durabilité et sa résistance à la chaleur. Ils sont également couramment utilisés pour fabriquer des marteaux. Plusieurs nuances d'acier différentes sont disponibles pour différentes applications.[3]

I.1.2.3 Aciers de traitement thermique

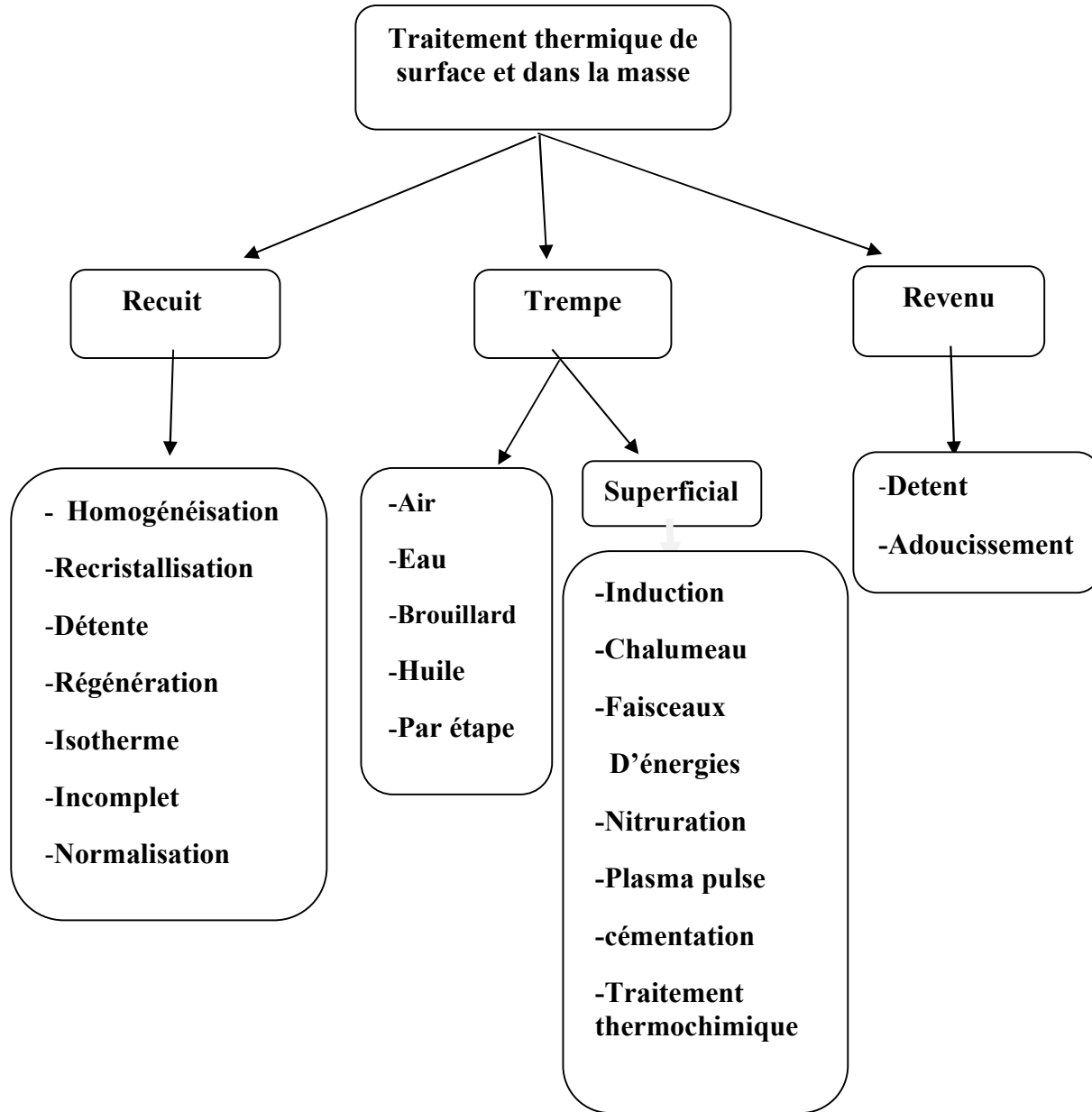


Figure I .1. Traitement thermique

Ces aciers sont définis par leur composition chimique. Les aciers traités thermiquement sont soit des aciers au carbone (sans aucun ajout d'éléments autres que les éléments d'accompagnement Mn et Si) soit des aciers alliés contenant des proportions variables d'un ou

plusieurs éléments additionnels (Cr, Ni, Mo, V...) ; le chrome favorise durcissement et augmente la résistance à la corrosion, le nickel augmente la ténacité à basse température, le molybdène augmente la résistance mécanique et la dureté ainsi que la résistance au fluage,...Exemples : C 32, 20 Ni Cr 6, 35Ni Cr Mo 16

I.1.2.4 Acier inoxydable

L'acier inoxydable est brillant, résistant à la corrosion et utilisé dans de nombreux produits, notamment les appareils électroménagers, les dossierets et les ustensiles de cuisine. Il a une très faible teneur en carbone. L'acier inoxydable contient du chrome allié et peut également contenir du nickel ou du molybdène. L'acier inoxydable est solide et peut supporter des températures élevées. L'acier inoxydable est disponible dans plus de 100 nuances, ce qui en fait un matériau polyvalent qui peut être adapté à votre application .[4]

I.1.3 Les propriétés mécaniques des aciers

Les propriétés mécaniques de l'acier sont mesurées à l'aide de différents essais (effort de traction, rupture par impact, mécanique de la rupture, fatigue, etc.), permettant d'appréhender le niveau atteint pour les caractéristiques suivantes :

- **La ténacité :**

Avec une productivité sans cesse croissante, l'acier à outils doit pouvoir résister aux chocs sans se casser ni s'écailler. La ténacité et l'équilibre avec la dureté sont des qualités intéressantes pour les aciers qui doivent résister aux chocs et aux impacts.[5]

- **La tenue à chaud :**

La résistance à la chaleur est essentielle dans de nombreux cas d'outils de coupe rapide, de matrices, de matrices d'extrusion, de matrices de forgeage, etc. Outre la dureté, les propriétés thermiques doivent également reposer sur de bonnes propriétés mécaniques, une bonne résistance au fluage et une excellente résistance à l'oxydation..[6]

- **La résistance aux chocs thermiques :**

Plusieurs types d'outillages sont soumis à des chocs thermiques sévères et étendus qu'ils doivent supporter sans se déformer ni se fissurer..[7]

- **La résistance à l'usure :**

Les outils (coupe ou formage) frottent en permanence contre les pièces qu'ils servent à fabriquer, ils doivent donc conserver leur tranchant et leur géométrie le plus longtemps possible, auquel cas ils doivent avoir une bonne résistance à l'usure.[8]

- **La trempabilité :**

Les outils doivent avoir des propriétés constantes ; pour les grandes pièces, ils doivent avoir une bonne trempabilité. Une capacité de durcissement élevée est également nécessaire si nous voulons éviter la déformation pendant le traitement ou l'utilisation..[5]

- **La dureté :**

C'est ce qu'on appelle la résistance mécanique de l'acier, et elle est mesurée par des tests selon différentes méthodes. Les échelles de mesure de la dureté de l'acier sont : Brinell, Knoop, Rockwell, Vickers, et le test consiste à appliquer environ 15 secondes, avec des pressions allant de 60 à 150 kgf. Aucune charge n'est appliquée, les valeurs de dureté sont obtenues directement sur l'écran. Habituellement la teneur en carbone détermine la dureté de l'acier, selon cette teneur on distingue l'acier doux et l'acier mi-dur.[9]

- **La résistance à l'abrasion :**

Les aciers présentent une bonne résistance à l'abrasion, c'est-à-dire qu'ils ne s'usent pas facilement par frottement. En termes pratiques, ils sont plus difficiles à meuler.[10]

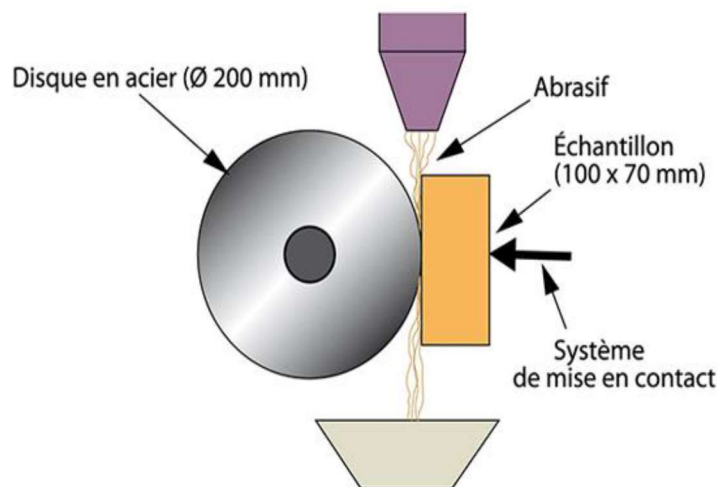


Figure I.2. La résistance à l'abrasion .[10]

I.2 LES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES :

I.2.1 Introduction :

Ils sont définis comme suit : « Le traitement consiste à chauffer une pièce à une température donnée dans un milieu solide, liquide ou gazeux qui libère facilement des éléments diffusants à l'état atomique, à la maintenir à cette température, puis à la refroidir. Ainsi, contrairement au traitement thermique, le traitement thermochimique modifie non seulement la structure de l'acier, mais modifie également la composition chimique de la couche superficielle, ce qui peut altérer ses propriétés à plus grande échelle. ».[11]

Évidemment, les traitements thermochimiques sont utilisés lorsqu'une dureté de surface plus élevée et une plus grande ductilité sont requises. Cette modification s'effectue en insérant différents gaz selon le type de traitement requis : carbone, azote, ammoniac, monoxyde de carbone, méthane, etc.

Un traitement thermochimique compte trois stades élémentaires :

- Un processus dont le siège est le milieu extérieur et qui assure le dégagement de l'élément diffusant à l'état atomique ;
- Un contact des atomes d'élément diffusant avec la surface de la pièce en acier et formation des liaisons chimiques avec les atomes de fer (absorption) ;
- Une pénétration de l'élément saturant en profondeur dans le métal de base, c'est à dire, le stade de diffusion.

Les espèces diffusantes peuvent être du carbone, de l'azote ou du bore, ces procédés sont donc appelés cémentation, carbonituration, nitruration, nitrocarburation ou boruration. Ces traitements de surface sont d'une grande importance industrielle car ils améliorent les propriétés mécaniques et chimiques des couches externes des pièces à traiter. Selon le processus sélectionné, la surface traitée présentera une résistance à l'usure et à la corrosion plus élevée et aura une dureté élevée.[12][13]

I.2.2 Cémentation :

La cémentation est la méthode la plus ancienne de saturation des surfaces en acier avec du carbone. Il est utilisé pour obtenir une dureté et une résistance à l'abrasion élevées de la couche de surface tout en maintenant un noyau souple et résistant. Le fonctionnement est effectué dans des environnements où la production de carbone est possible à des températures supérieures à AC3, généralement entre 850°C et 1000°C.[14]

Le durcissement est accompli lorsque la couche enrichie en carbone est trempée pour former de la martensite conduisant à une bonne résistance à l'usure et à la fatigue.[15][16]

La trempe est effectuée directement après la cémentation (durcissement direct) ou après refroidissement du métal et chauffage ultérieur. La couche cimentée atteint sa dureté maximale (environ 800 à 900 HV) après trempe martensitique pour des teneurs en carbone proches de l'eutectoïde. Un éventuel revenu de détente (entre 180 °C et 200 °C) après refroidissement réduirait la dureté à environ 600 HV à 760 HV.[17]

La profondeur de la boîte est fonction du temps, de la température et du potentiel carbone de surface. La profondeur de carburation est plus importante après un long temps de rétention, et un potentiel carbone élevé produit une grande quantité de carbone en surface. Le choix de l'atmosphère a également une grande influence sur le processus de cémentation. Les différentes atmosphères employées dans l'industrie de cémentation impliquent la dissociation des composants de l'atmosphère en surface de l'acier ; ainsi le carbone libéré est aisément dissous par la phase d'austénite et peut diffuser dans la pièce.[18]

En outre, certains éléments d'alliage peuvent agir d'une manière sensible sur la vitesse de diffusion du carbone au cours de la cémentation.[19]

Certaines précautions particulières doivent être prises lors d'un traitement de cémentation thermochimique. Tout d'abord, un nettoyage insuffisant peut entraîner une déformation après refroidissement pour les raisons suivantes. Les déformations seront d'autant plus faibles que la profondeur de cémentation et la teneur en carbone seront homogènes. Les résidus d'huile de coupe peuvent être un obstacle local à la diffusion du carbone, créant des taches de trempabilité différente. Le soufre contenu dans ces huiles peut modifier l'équilibre thermochimique en abaissant le potentiel carbone. La rouille est également un élément qui tend à diminuer ce potentiel carbone. Ensuite, dans certains cas, lors de la préparation des pièces, il sera nécessaire d'appliquer une peinture (Stop-off / No-Carb) pour éviter des déformations à certains endroits.[20]

I.2.3 Techniques de cémentation :

Les agents de carburation peuvent être solides, liquides ou gazeux.

I.2.3.1 Cémentation solide :

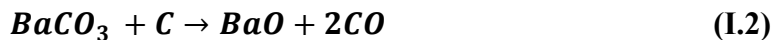
Le saturant dans cette opération est du ciment solide, généralement du charbon de bois. Pour accélérer la cémentation, des activateurs dont le carbonate de baryum $BaCO_3$ et le carbonate de sodium Na_2CO_3 sont ajoutés au charbon à raison de 10% à 40% en poids du charbon. Le ciment

solide largement utilisé est composé de charbon de bois, de 20 à 25 % de $BaCO_3$ et jusqu'à 3,5 % de $BaCO_3$

Les pièces sont placées dans des caisses en acier soudé, ou plus rarement en fonte. Les températures de cémentation varient de 900 à 940°C. Après cémentation, l'enceinte ne peut être ouverte qu'une fois l'air refroidi à 400 ou 500°C. Le carbone atomique est obtenu comme suit: [21]



L'addition du carbonate rend le ciment beaucoup plus actif et enrichit l'atmosphère carburante en oxyde de carbone : [21]



I.2.3.2 Cémentation liquide :

Les pièces sont plongées dans un bain de sel fondu à base de cyanure de baryum et de sodium vers 980°C. Cette technique relativement simple de mise en œuvre permet un chauffage homogène et une action chimique régulière. [21]

I.2.3.3 Cémentation gazeuse :

La cémentation gazeuse est la plus utilisée. Elle se fait industriellement à partir d'une atmosphère obtenue par installation et décomposition thermique (combustion) d'hydrocarbures, qui se caractérise par un potentiel carbone. Le potentiel carbone de l'atmosphère est défini comme « la teneur en carbone de la surface d'un échantillon de fer pur en équilibre avec le milieu cimentaire dans les conditions employées ». La cémentation se produit si l'activité du carbone dans le métal initial est inférieure au potentiel carbone dans l'atmosphère. Dans le cas contraire, le métal se décarburera. Lorsque ces deux variables sont égales, le système est en équilibre et n'évolue pas. Des gaz tels que le monoxyde de carbone et le méthane réagissent avec la chaleur de la surface de l'acier, libérant du carbone qui est inséré dans le réseau cubique à face centrée du fer. [21]



Lors du processus de cémentation, les éléments manganèse, chrome et silicium présents dans l'acier dans la partie superficielle de la couche d'enrichissement peuvent être oxydés. En raison de la trempabilité réduite, des composants autres que la martensite peuvent être formés pendant le processus de durcissement, ce qui réduira considérablement la résistance à la fatigue .[22]

La formation d'oxydes internes est un phénomène typique de la carburation gazeuse.[23][24]

La quantité des oxydes internes formés et leur profondeur dépend des conditions de la cémentation (température, temps...), plus la profondeur de la couche cémentée est grande, plus la profondeur des oxydes internes est importante.

Les oxydes peuvent se former aux joints de grains d'austénite ou à l'intérieur des grains. Cela affecte la résistance à la fatigue de l'outil. La figure I.3 montre la structure de la couche (33 % H_2 , 28 % CO , 0,8 % CH_4 , C_3H_8 riche en propane) cimentée pendant 2 heures à 980 °C, indiquant la présence d'une oxydation interne.[25]

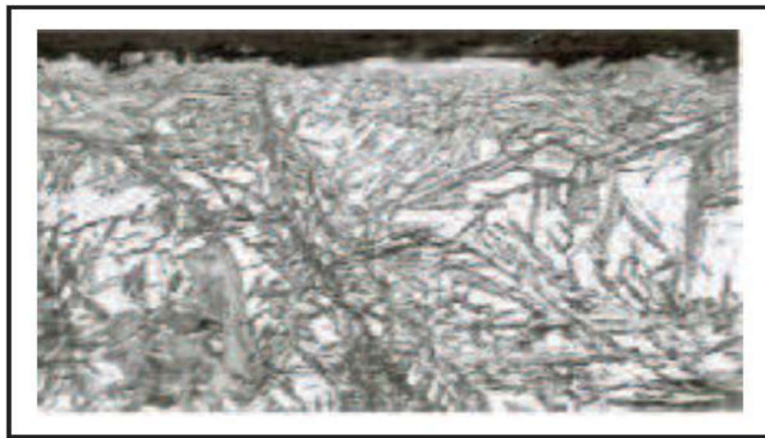


Figure I.3 Austénite résiduelle dans une couche cémentée et durcie par trempe .[25]

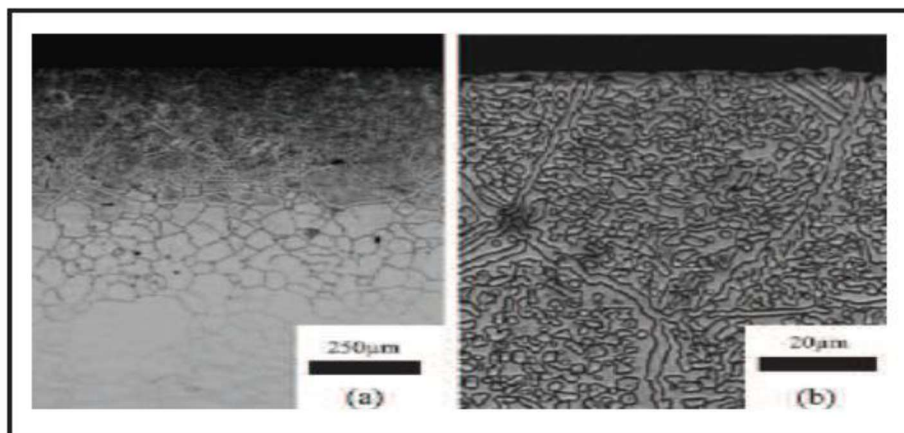


Figure I.4 Micrographie d'une couche cémentée par plasma pendant 2 h d'un acier SUS 316 L .[26]

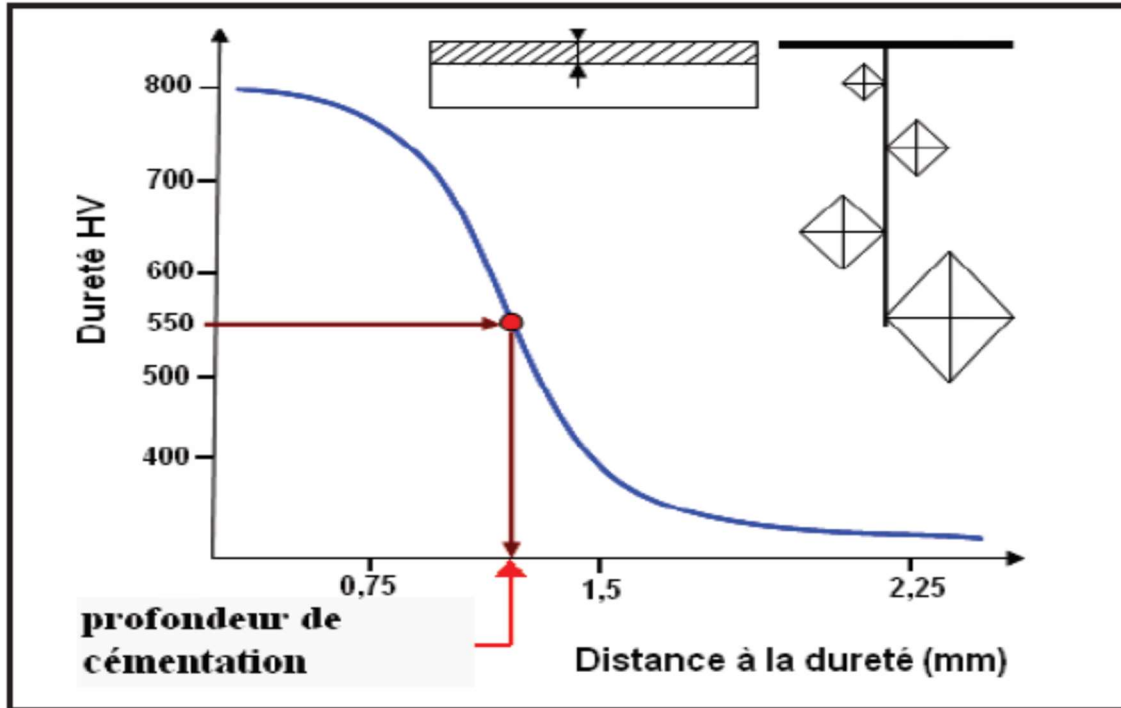


Figure I.5 profondeur conventionnelle de cémentation .[27]

I.2.3.4 Cémentation ionique :

Les pièces à cémenter sont placées sous pression réduite au niveau de la cathode au sein d'une enceinte contenant des hydrocarbures. L'application d'une différence de potentiel entre l'anode et la cathode (la pièce) entraîne la formation d'une décharge dans l'enceinte et la formation d'une couche luminescente autour de la pièce dont le chauffage est assuré par le plasma.

De manière très simplifiée, le gaz combustible se dissocie pour fournir du C libre selon l'expression suivante :



Par rapport aux autres techniques de cémentation, la cémentation par plasma présente les avantages suivants :

- Possibilité d'effectuer un décapage ionique préalable de la surface à cémenter afin de la nettoyer ;
- Transfert plus rapide de carbone dans l'acier ;
- Meilleur contrôle des paramètres de traitement et de la productibilité ;
- Plus basse consommation de gaz et d'énergie ;
- Absence de pollution de l'environnement ;

- Plus grande propreté et absence d'oxydation superficielle des pièces traitées ;
- Possibilité de réaliser des zones cémentées très précisément délimitées .[28]

La **figure I.3** représente une couche cémentée par plasma d'un acier SUS 316L.

I.2.4 Profondeur cémentée :

La couche traitée peut être caractérisée par une distribution de microdureté, qui permet de mesurer l'épaisseur effective de la couche, appelée « profondeur de liaison conventionnelle ». Elle est définie par la distance de la surface ponctuelle avec une valeur de dureté égale à 550 HV, **Figure I.4** [27]. La profondeur de la cémentation dépend en partie de la trempabilité de l'acier, mais surtout des conditions de traitement. L'épaisseur cible de la couche de liaison varie en fonction de la destination et du volume de la pièce. Les épaisseurs importantes (0,8 mm à 1,8 mm voire plus) sont réservées aux pièces qui doivent résister à l'usure et aux sections importantes. Pour les pièces de taille moyenne avec de petites sections, comme les engrenages automobiles, une épaisseur de 0,2 mm à 0,8 mm peut être suffisante.[24]

K. Olga [26] ont montré que les aciers à forte concentration en éléments gamma (Si, Ni) augmentaient la diffusivité du carbone dans l'austénite, mais diminuaient la cinétique de transfert du carbone de l'atmosphère vers la surface de l'acier, en revanche, avec des éléments carburants (Cr, Mo) augmentait la coefficient de transfert de masse dans l'atmosphère en améliorant l'évolution de la répartition du carbone.

I.2.5 Traitements thermiques après la cémentation :

Pour donner aux pièces leurs propriétés finales, on les soumet après cémentation à des traitements thermiques dont le but est :

- De corriger la structure et d'affiner le grain au cœur et dans la couche cémentée.
- D'obtenir une dureté élevée de la couche cémentée et de bonnes propriétés mécaniques de cœur.
- D'éliminer le réseau de carbure dans la couche cémentée, qui peut apparaître par suite de la sursaturation en C .[22]
- Le traitement thermique aboutit à la formation d'une structure dans la couche cimentaire constituée de martensite et d'une certaine quantité d'austénite et de carbures retenus. L'opération finale des pièces après carburation est un revenu basse température à 160 ou

180°C pour transformer la martensite trempée de la couche superficielle en martensite revenue pour assurer l'adoucissement.

- Dans le cas du durcissement des aciers fortement alliés, la structure de la couche cimentaire retient une certaine quantité (jusqu'à 50%) d'austénite résiduelle, ce qui modifie les caractéristiques de dureté. Après trempe, ces aciers subissent un traitement à froid qui facilite la transformation de la majeure partie de l'austénite en martensite.
- La quantité d'austénite retenue peut être réduite en réduisant la quantité de carbone dans la couche ou en ajoutant de l'ammoniac dans le four pour former des nitrures d'éléments d'alliage avant la fin du processus.
- Le traitement thermique post-cémentation augmente la limite de fatigue de la pièce du fait de la formation de contraintes résiduelles de compression importantes dans la couche cémentée. La limite de fatigue peut encore être améliorée par grenailage.[29]

I.2.6 Aciers pour cémentation :

Ce sont des aciers à grains fins et à basse teneur en carbone (0.10% et 0.20 %). Les éléments d'alliage sont choisis en fonction de la massivité des pièces et des caractéristiques à coeur visées, ce sont :

- Aciers de construction non alliés et alliés spéciaux pour cémentation.
- Acier au carbone XC10-XC12-XC18.
- Acier au manganèse chrome 16MC5-20MC5.
- Acier au chrome – molybdène 18 CD4.
- Acier au nickel – chrome 10NC6-16NC6-20NC6-14NC11.
- Acier au nickel – chrome – molybdène 20NCD2-18NCD6.
- Acier au bore 21B3-20MB5-19NCDB2.
- Aciers de cémentation pour organes mécaniques massifs hautement sollicités.
- Aciers au nickel – chrome 16NC6-18NC8.
- Aciers au nickel – chrome – molybdène 16NCD13 .[30]

I.2.7 Le diagramme d'équilibre fer-carbone :

Les diagrammes d'équilibre sont réalisés à partir des courbes de refroidissement de différents alliages de fer et de carbone. Dans la courbe de refroidissement, chaque changement de

structure cristalline ou d'état de solubilité apparaît comme une discontinuité. Comprendre la température de transition est important lors de la définition du traitement thermique, en particulier la température de traitement.

La ligne HJK, correspond à la transformation eutectoïde. Au fur et à mesure que l'alliage refroidit, il franchit cette ligne. A ce moment, l'austénite en solution solide (CFC) de fer γ est transformée en ferrite en solution solide (CC) de fer α . Le carbone est libéré sous forme de cémentite lorsque la solubilité maximale du carbone passe de 2 % dans le fer gamma à 0,025 % dans le fer alpha. Ainsi lors du franchissement de la ligne HJK, l'austénite devient perlite (agrégat de ferrite et de cémentite). Si l'on souhaite modifier la microstructure (et donc les propriétés mécaniques) de l'alliage, il est nécessaire de modifier les transformations qui se produisent normalement dans l'alliage.[20]

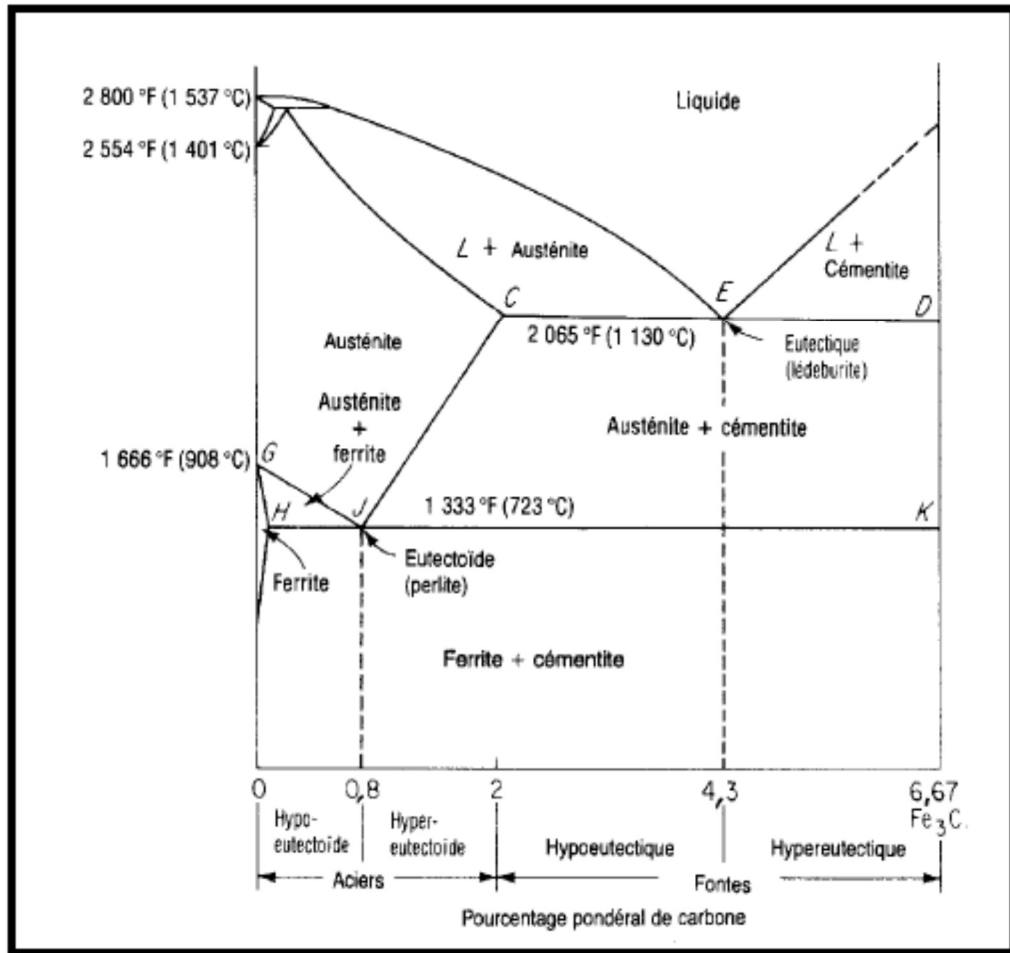


Figure I.6 Le diagramme de phase fer-carbone. [20]

I.2.8 Les alliages fer-carbone :

Il existe deux types d'alliages fer-carbone :

- Ceux contenant du carbone libre sous forme de graphite (fonte);
- Ceux dans lesquels le carbone se trouve dissous dans un composé intermétallique appelé carbure de fer ou cémentite, Fe_3C (acier).

Dans l'acier ou la fonte blanche, le carbone existe sous forme de cémentite. Dans la fonte grise, deux formes de carbone (graphite et cémentite) coexistent. [20]

I.2.9 La constitution des aciers au carbone :

Trois solutions solides de base constituent les aciers au carbone.

I.2.9.1 La ferrite

La ferrite est une solution solide de carbone dans du fer alpha. Les atomes de carbone sont placés au hasard dans les espaces interatomiques du réseau (c.c.). Physiquement, il se présente sous forme de particules. Ce que nous appelons les structures souples et pliables ont une dureté d'environ 10 à 15 HRC .[20]

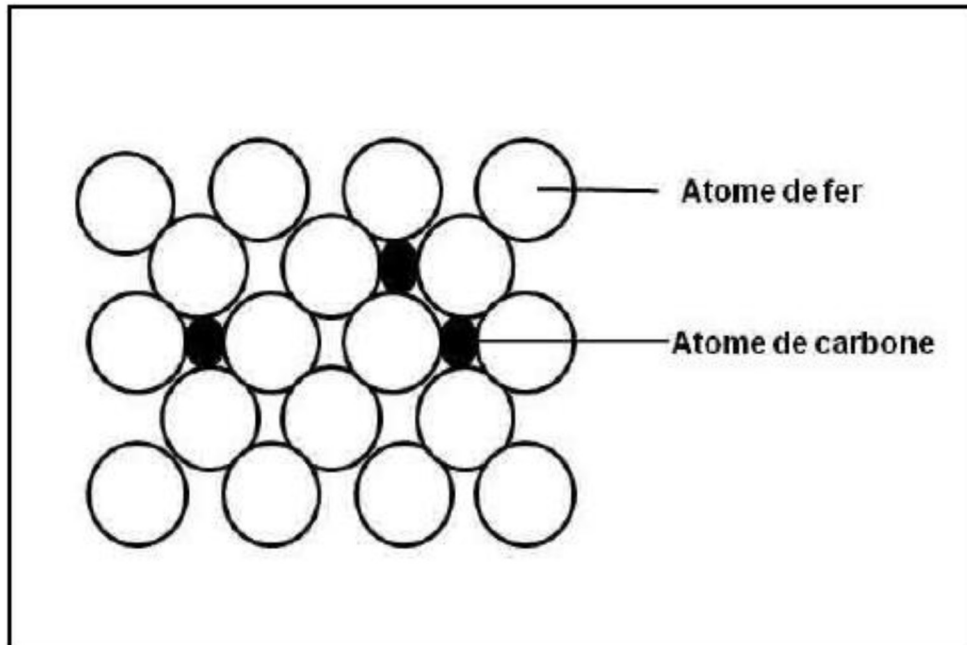


Figure I.7 La solution solide d'insertion

Les dimensions réduites de ces espaces limitent de façon très importantes le nombre d'atomes de carbone insérés. Le pourcentage maximal de carbone dissous dans la ferrite est de :

- ❖ 0,006 % à 20 °C ;
- ❖ 0,020 % à 723 °C.

Comme sa teneur de carbone est négligeable, on peut considérer la ferrite comme du fer α .

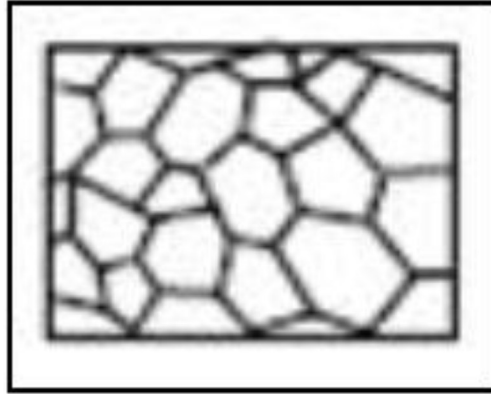


Figure I.8 Micrographie représentant de la ferrite.

I.2.9.2 L'austénite

L'austénite est une solution solide de carbone dans du fer γ . Des espaces interatomiques de réseau de plus grande taille (c.f.c.) permettent à l'austénite de dissoudre jusqu'à 2,06 % de carbone à 1145 °C. L'austénite est également une solution d'intercalation solide. L'austénite est paramagnétique.[20]

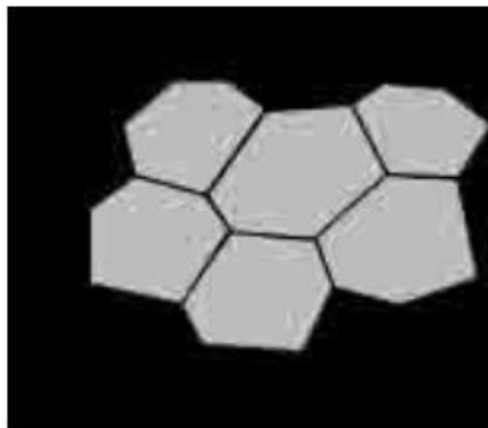


Figure I.9 Micrographie représentant de l'austénite.

I.2.9.3 Cémentite (ou carbure de fer)

La cémentite est constituée de molécules composées d'atomes de fer et d'atomes de carbone. Trois atomes de fer pour un atome de carbone, Fe_3C . Il contient 6,67% de carbone en masse. La cémentite ne forme pas de grains macroscopiquement, elle peut exister sous diverses formes : fines aiguilles, éclats, joints de grains d'acier hypereutectoïde, etc.[20]

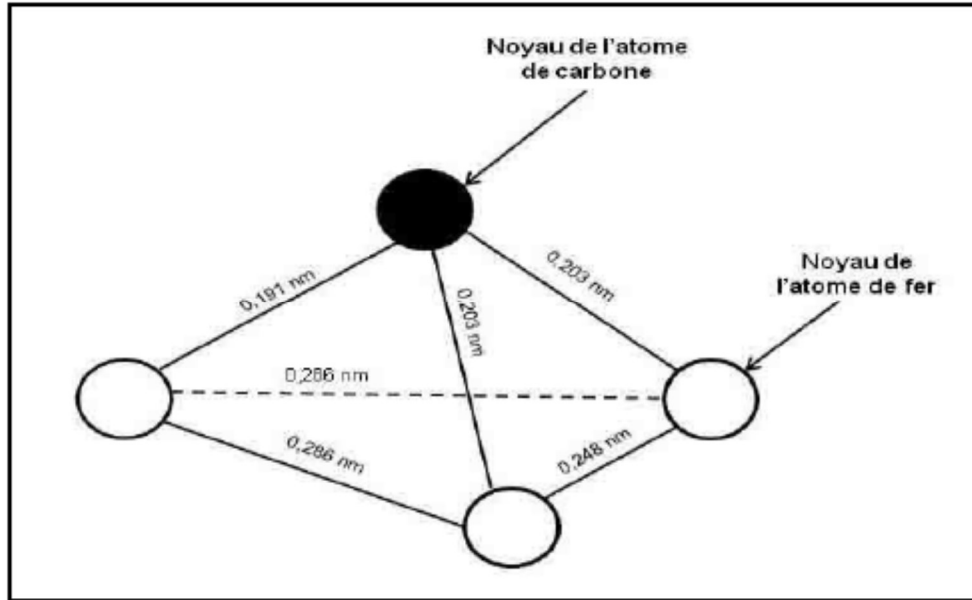


Figure I.10 La molécule de cémentite (ou carbure de fer).

Ce composé intermétallique a une concentration de carbone de 6,67 % (en masse). Il possède la caractéristique d'être très dure et très fragile.

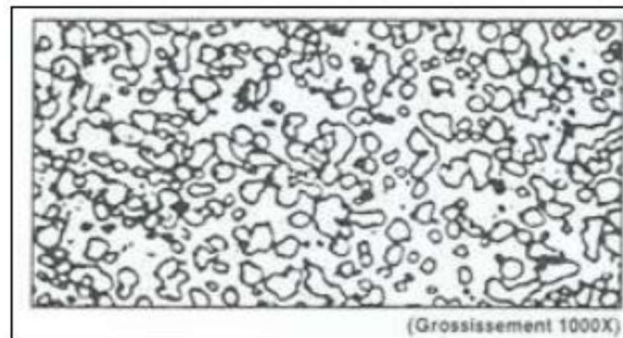


Figure I.11 Micrographie représentant de la cémentite globulaire après un traitement de sphéroïdisation

I.3 conclusion

Dans ce chapitre nous avons évoqué les principales notions de base des aciers, les différents types de ces derniers et leurs propriétés mécaniques. Les différentes étapes des traitements thermiques et thermochimiques des aciers faibles au carbone ont été analysées pour pouvoir comprendre les procédés réalisés dans notre partie expérimentale et bien assimiler les objectifs ciblés.

Chapitre II : PREPARATION DES EXPERIENCES

II.1 Introduction :

Dans le chapitre précédent, une synthèse des références a montré l'influence du traitement thermo-chimique sur la couche superficielle de l'acier XC10 et ses propriétés mécaniques et physico-chimiques.

Des méthodes expérimentales ont été utilisées pour valider notre étude bibliographique et pour mieux mesurer la qualité du phénomène. Enfin, la microstructure de l'acier XC10 a été étudiée par spectroscopie d'émission optique à étincelles pour voir sa transformation.

II.2 Objectifs :

Le but de cette étude était d'une part d'étudier l'effet des paramètres de cémentation (débit de carbone, température et temps de maintien) sur la micro-dureté, la microstructure et l'épaisseur de surface traitée.

II.3 Environnement expérimental :

L'environnement expérimental renferme tous les facteurs maintenus constants pendant les essais, il est composé principalement de :

II.3.1 Matériau d'étude :

Le matériau objet de cette étude est un acier faible au carbone dont la composition chimique est reportée dans le **tableau II.1** qui a été réalisé au niveau de laboratoire d'analyse physico-chimique à l'aide d'un spectromètre de type SPECTROMAX (**Fig. II.1**).

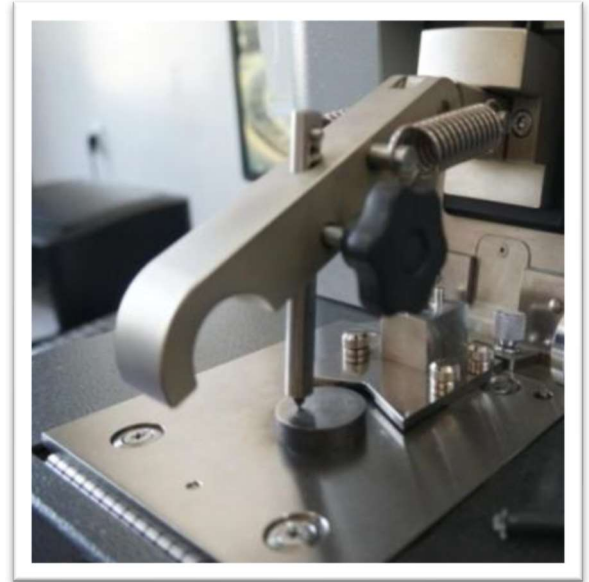


Figure II.1: spectromètre SPECTROMAX.

Tableau II.1 : composition chimique de l'acier XC10.

Element	C	Mn	Si	S	Cu	AL	Ti	Ni	Cr	Mo	Sn	W	Co	Ta	N	Fe
Weight %	0.10	0.50	0.31	0.010	0.047	0.003	0.003	0.033	0.087	0.012	0.015	0.018	0.09	0.073	0.051	98.7

II.3.2 Préparation des échantillons pour le traitement :

II.3.2.1 La phase de Découpage :

Nos échantillons primaires ont été obtenus en coupant par lubrification une tige de 55 mm de diamètre en cylindres de 10 mm de long à l'aide d'un tour parallèle.

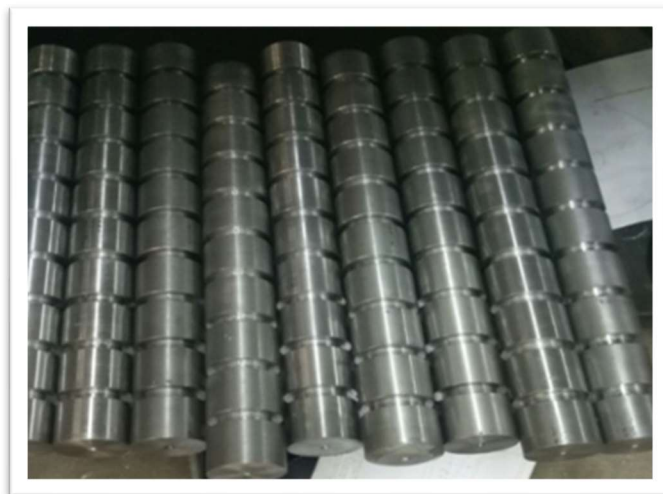


Figure II.2 : Préparation des échantillons

II.3.2.2 La phase de Rectification :

Grâce à la rectifieuse représentée sur la **Fig. II.3**, on soumet la surface inférieure du cylindre obtenu par taillage aux mêmes conditions (meulage similaire).



Figure II.3 : Rectifieuse plane.

II.3.3 Technique de traitement thermochimique et thermique :

Le traitement thermique des échantillons a été réalisé sur une ligne composée d'un four de cémentation, d'un four de trempe, d'un bain de trempe à l'huile et d'un système de lavage. La ligne est contrôlée par le logiciel Axron Swiss Process Control. Les échantillons sont d'abord préparés sur un support de pots en acier inoxydable suspendu. Ensuite, les échantillons sont introduits dans le four à cloche (type 11-CG, SOLO-Swiss, Suisse) (**Figure II.4**). Les échantillons ont été traités par le traitement de carburation gazeuse selon les facteurs suivants : débit de carbone (A), température (B) et temps de maintien (C) où chaque facteur a trois niveaux



Figure II.4: chaine de traitement thermique SOLO.

Ces fours sont avec des atmosphères de traitement isothermes paramétrables jusqu'à environ 950°C. Nos échantillons primaires rectifiés et numérotés ont été chauffés à différentes températures pendant des temps de maintien de 4,5 et 6 heures à différents flux de carbone, comme indiqué dans le **tableau II.2** des paramètres de fonctionnement prédéterminés.

Tableau II.2: Paramètres de traitement thermochimique.

Température (°C)	Temps de maintien (heures)	Débit de Carbone %
900/920 /940	4/5/6	0.9/1.0/1.2

II.3.3.1 La phase de Cémentation :

D'après notre expérience, la cémentation au gaz a été appliquée à notre acier (XC10) en tant que processus thermochimique, ce qui donne une surface dure, riche en carbone et résistante à l'usure. L'atmosphère du four était constituée d'un gaz vecteur de composition 39,36% H_2 , 0,23% CO_2 , 19,83% CO , 0,76% H_2O , riche en propane. C_3H_8

Nous préparons d'abord notre four de cémentation, qui est un four de trempe ainsi qu'une source de ciment sous forme de gaz propane. Cela comprenait le chauffage du four à la température d'austénitisation recommandée pour chaque numéro de test et son maintien à cette température pour assurer une atmosphère isotherme.

Le robot s'oriente automatiquement ainsi que la charge (constituée des échantillons déterminés) vers le four commandé. Le four s'allume, se charge et s'éteint et la température diminue. La température monte et stagne à chaque essai, et le potentiel carbone de l'atmosphère isotherme commence à monter jusqu'au débit régulé à chaque essai. Le traitement a été maintenu pendant le temps de fonctionnement de l'essai pour enrichir la surface des échantillons en carbone. Après enrichissement, une étape de diffusion du carbone est nécessaire en réduisant le débit de gaz pendant le temps indiqué sur le schéma du cycle thermique fourni par le logiciel de la section contrôle. Il s'agit de répartir le carbone de manière équilibrée sur la surface de la pièce à traiter.

II.3.3.2 La phase de la trempe :

Après chauffage complet jusqu'à transformation de phase (de l'austénite à la martensite). Les procédés thermochimiques actuels sont conçus pour effectuer des cycles de refroidissement rapides afin de maximiser la dureté des pièces. Après l'enrichissement des surfaces de l'échantillon en carbone, une étape de diffusion est nécessaire pendant 90 minutes pour s'assurer que le carbone est diffusé de manière uniforme sur la surface de la pièce. Cette étape est suivie d'un traitement de trempe à 830 °C pendant 20 minutes. Grâce au système de refroidissement installé sur le bac de trempe, les échantillons ont été immergés dans l'huile pendant 8 minutes sous agitation en

atmosphère isotherme. La charge quitte automatiquement le bac de trempe à air. Enfin, l'échantillon est vidangé de la solution de trempe pendant 10 minutes, grâce à la ligne automatique, l'échantillon sera lavé pour éliminer l'huile restante et les impuretés.

II.3.3.3 La phase du revenu :

Cette opération consiste en fait à produire une évolution structurale d'un état métastable vers un état proche de l'équilibre physico-chimique, dans le but de provoquer une précipitation du carbone pour optimiser le durcissement de la pièce. La détente réduit la contrainte de trempe interne mais n'affecte pas la dureté de surface de la pièce, dans notre cas nous l'avons fait automatiquement dans cette plage les échantillons ont été jeté dans une cuve d'huile à 60 °C pendant 18 minutes, après quoi, ils sont séchés dans une machine à sécher pendant 25 minutes. Enfin, les échantillons ont été recuits à une température de 180 °C pendant 120 minutes.

II.3.5 Préparation des échantillons après traitement :

Afin de mesurer la couche adhésive d'échantillons cylindriques, il était nécessaire de faire des préparations étape par étape.

II.3.5.1 La phase de Découpage :

La première étape permet d'obtenir de nouveaux échantillons (**Figure II.5**), facilitant ainsi l'exploitation de la suite du travail. Ils sont facilement obtenus par découpe à l'aide d'un fil de découpe sur une machine EDM ONA filière A25-35.



Figure II.5 : Machine de fil coupant ONA et échantillon secondaire

II.3.5.2 La phase de Polissage :

Après découpe de l'échantillon. Utiliser une polisseuse mécanique de différentes granulométries (P180, P320, P400, P600, P800 et enfin P1200) pour les opérations de polissage, avec lubrification, pour éviter l'échauffement de la pièce. Sur chaque feuille, l'échantillon reste en contact pendant 2 à 5 minutes. Evite les problèmes de corrosion. Immédiatement après le polissage de l'échantillon avec du papier de verre P1200, rincer avec de la pâte de diamant et de l'eau courante, et doit immédiatement polir finement avec du papier feutre jusqu'à l'obtention d'une bonne finition miroir.



Figure II.6 Machine de polissage fin.

II.3.5.3 La phase d'Attaque chimique :

L'attaque chimique dépend des détails microstructuraux recherchés, et nous avons choisi comme réactif d'attaque chimique une solution de composition suivante : 96% éthanol C_2H_5OH + 4% nitrate HNO_3 . La procédure est la suivante : Après avoir terminé le polissage fin à l'eau distillée et au couteau, la surface polie est lavée, quelques gouttes d'éthanol (C_2H_5OH) sont ajoutées pour éviter l'oxydation de l'eau, puis un séchage est recommandé. L'échantillon est ensuite immergé dans la solution de gravure pendant 25 à 30 secondes, et enfin lavé à nouveau, suivi de quelques gouttes d'éthanol et maintenu hors de contact avec la surface attaquée.



Figure II.7 : Procédé d'attaque chimique.

II.3.5.4 Analyse et mesurage des couches cimentées par microscope optique :

Les microscopes sont attachés aux lentilles d'objectif et aux oculaires qui peuvent agrandir les images de petits objets. L'examen métallographique des métaux et alliages a pour but de définir précisément leur structure. Afin de pouvoir mesurer et mettre en évidence la microstructure de la couche cimentaire des échantillons prétraités et préparés pour l'analyse microscopique, Les micrographies ont été capturées à l'aide de l'appareil photo numérique AxioCam MRc 5 attaché à un microscope inversé Leica DMi8 (Leica Microsystems CMS GmbH, Wetzlar, Allemagne), et la couche d'épaisseur des échantillons a été réalisée en trois points différents par le logiciel Leica IM503 (**Fig. II.8**). (**AXIO Cam MRc**) permet l'acquisition, le traitement et l'enregistrement de différentes images à l'aide de 5 objectifs ($\times 5$, $\times 10$, $\times 20$, $\times 50$, $\times 100$) et d'un grossissement total ($\times 10000$).

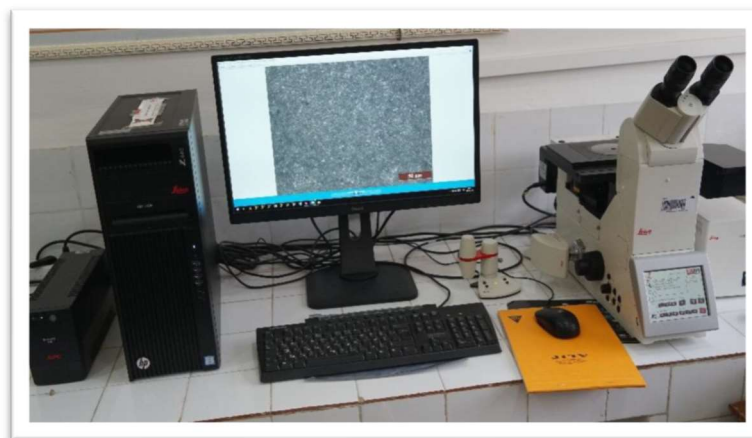


Figure II.8 : Equipement de microscope optique Leica

II.3.6 Caractérisation des couches cémentées par dureté :

La dureté, avec le symbole général H, caractérise la capacité d'un matériau à résister au marquage (traces de doigts, rayures, etc.), à l'abrasion et à l'érosion. Elle peut être appréciée par la mesure de l'empreinte laissée sur la surface par un poinçon sous des forces connues (tests Brinell, Vickers et Rockwell) et par le rebond d'objets très durs sur la surface à tester hauteur à évaluer. Essai à terre des élastomères et plastiques).

Les mesures de micro-dureté Vickers ont été effectuées sous une charge d'essai de 0,5 kgf et un temps d'arrêt de 10s, à l'aide d'un appareil de micro-dureté type : Zwick Roell, modèle : ZHV10-A. L'essai a été réalisé à température ambiante et les mesures de dureté ont été effectuées à cinq endroits différents sur chaque échantillon pour obtenir une valeur de dureté moyenne.



Figure II.11 : Appareil de Micro- dureté Zwick Roell, modèle : ZHV10.

II.3.7 Caractérisation des couches cémentées par analyse chimique :

Afin de révéler les différentes compositions chimiques de la couche de ciment, La composition chimique des échantillons d'acier XC10 avant et après le traitement de cémentation a été réalisée par spectroscopie d'émission optique à étincelles (S-OES) à l'aide d'un analyseur de métaux SPECTROMAXx MX6M-BT de SPECTRO Analytical Instruments GmbH et elle est donnée en pourcentage de masse tout au long de ce travail. Les essais ont été mesurés sous une atmosphère d'argon à une pression de 3 bars pendant l'analyse chimique. Les valeurs indiquées correspondent à la moyenne d'au moins trois mesures individuelles (**Fig. II.1**). Les données reçues via le système de couplage spectromètre-ordinateur sont traitées par un logiciel et les résultats sont moyennés.

II.4 Conclusion :

Dans ce chapitre, nous décrivons le processus et les méthodes expérimentales, préparations des échantillons de l'acier XC10 et la présentation des équipements de mesures. Nous avons aussi défini la composition chimique et les conditions du traitement thermochimique.

**CHAPITRE III : RESULTAT
DES EXPERIENCES,
TRAITEMENT ET
ANALYSES**

III.1 Introduction

Dans ce chapitre nous avons présenté la méthode Taguchi : un plan de conception de Taguchi a été utilisé pour minimiser le nombre d'expériences de 27 à 9 expériences.

La méthode des plans d'expérience permet en effet d'obtenir un maximum d'informations à un coût minimal. Les méthodes de régression linéaire ont permis d'obtenir une modélisation mathématique (les équations de régression pour les critères de la dureté en fonction des paramètres de du traitement. Pour chacun des modèles, des tests statistiques ont été appliqués pour sélectionner les paramètres les plus significatifs. Puis, l'analyse de variance (ANOVA) a été utilisée pour vérifier la validité des modèles.

Les tableaux ANOVA liés aux paramètres étudiés montrent les degrés de liberté (DF), la somme des carrés (SS), les carrés moyens (MS), la probabilité (P-VAL.) et la contribution en pourcentage (Contre. %) de chaque facteur et des différentes interactions.

Une faible valeur $P (\leq 0,05)$ ou niveau de confiance 95% indique que les modèles obtenus sont considérés comme significatifs, ce qui est souhaitable. Le coefficient de détermination, est défini comme le rapport de la variation expliquée de la variation totale. On a une très bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et les valeurs Prédites, Lorsqu'approche l'unité. Dans la partie optimisation, plusieurs méthodes d'optimisation comme les algorithmes génétiques et les surfaces de réponse ont été utilisées en fonction des besoins et des objectifs recherchés. Cette méthode permet de déterminer l'action simultanée de plusieurs facteurs sur le paramètre.

Dans notre cas de la première série, nous avons trois facteurs de base ($k=3$), (D, T, TM) et chaque facteur à trois niveaux de variation (niveau 1, niveau 2, niveau 3). Nous avons alors : $N=9$ (Tableau III.1).

Tableau III.1 Attribution des niveaux de facteurs

Niveau	Température (°)	Debit (%)	Temps de maintien
1 (minimum)	900	0.9	4
2 (moyen)	920	1.0	5
3 (maximum)	940	1.2	6

III.2 Résultats Et Discussion

Les moyennes des valeurs expérimentales obtenues en utilisant la méthode Taguchi en relation avec la micro-dureté, l'épaisseur de la couche durcie, la teneur en carbone, pour les différentes combinaisons des paramètres de traitement de cémentation gazeuse et selon le plan expérimental L9, sont présentées dans le tableau III.2.

Tableau III.2. L9 Plans d'expériences établis selon la méthode Taguchi et leurs valeurs moyennes expérimentales avec leurs rapports signal/bruit.

N° d'essai	Valeur codifiées			D (%)	T (°)	TM (h)	M-dureté (HV)	CSD (µm)	Teneur en carbone (%)
	X1	X2	X3						
Brut	-	-	-	-	-	-	0,10 ±0.005	0,10 ±0.005	0,10 ±0.005
1	-1	-1	-1	0,9	900	4	0,548 ±0.013	0,548 ±0.013	0,548 ±0.013
2	-1	0	0	0,9	920	5	0,558 ±0.033	0,558 ±0.033	0,558 ±0.033
3	-1	1	1	0,9	940	6	0,555 ±0.015	0,555 ±0.015	0,555 ±0.015
4	0	-1	0	1,0	900	5	0,628 ±0.023	0,628 ±0.023	0,628 ±0.023
5	0	0	1	1,0	920	6	0,698 ±0.021	0,698 ±0.021	0,698 ±0.021
6	0	1	-1	1,0	940	4	0,613 ±0.024	0,613 ±0.024	0,613 ±0.024
7	1	-1	1	1,2	900	6	0,891 ±0.011	0,891 ±0.011	0,891 ±0.011
8	1	0	-1	1,2	920	4	0,812 ±0.016	0,812 ±0.016	0,812 ±0.016
9	1	1	0	1,2	940	5	0,875 ±0.030	0,875 ±0.030	0,875 ±0.030

III.3 Analyse de la variance (ANOVA)

III.3.1 Analyse de la variance ANOVA pour de la Dureté

Selon les résultats de l'analyse de la variance pour la dureté présentés dans le tableau III.3, Le temps de maintien (C) et la température (B) ont les plus grandes valeurs de contribution de 42,70% et 35,97% respectivement, mais le débit de carbone (A) a une moindre contribution avec 18,33%.

Source		DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	Cont %	Remarque
Micro-dureté	Modèle	3	44984	14994.7	54.25	<0.001	97.01%	Significatif
	A : Débit de carbone	1	8503	8502.9	30.77	0.003	18.33%	Significatif
	B : Température	1	16679	16678.9	60.35	0.001	35.97%	Significatif
	C : Temps de maintien	1	19802	19802.2	71.65	<0.001	42.70%	Significatif
	Erreur	5	1382	276.4				
	Total	8	46366					

Tableau III.3. ANOVA pour le modèle Contenu en carbone

III.3.2 Analyse de la variance ANOVA pour Épaisseur de la couche durcie

Selon les résultats de l'analyse de la variance pour de l'épaisseur de la couche cimenté EP présentés dans le **Tableau III.4**, la température (B) a la plus grande valeur de contribution de 51,64%, tandis que l'effet du temps de maintien (C) et le débit de carbone (A) contribuent avec 26,45% et 20,14% respectivement.

Source		DF	Adj SS	Adj MS	F-Valeur	P-Valeur	Cont %	Remarque
Épaisseur de la couche durcie	Modèle	3	107494	35831.2	92.81	<0.001	98.24%	Significatif
	A:Débit de carbone	1	22035	22035.3	57.08	0.001	20.14%	Significatif
	B : Température	1	56510	56510.0	146.38	<0.001	51.64%	Significatif
	C : Temps de maintien	1	28948	28948.4	74.98	<0.001	26.45%	Significatif
	Erreur	5	1930	386.1				
	Total	8	109424					

Tableau III.4 Analyse de la variance ANOVA pour CSD.

III.4 La microstructure de l'acier XC10

IV.4.1 La microstructure des échantillons a l'état brut

D'après Figure IV.1, les microstructures obtenues avant le traitement thermochimique par la cémentation gazeuse, les échantillons à l'état brut ont une structure homogène avec des grains uniformes de ferrite et de perlite, que se soit un niveau du cœur ou dans la couche superficielle durcie.

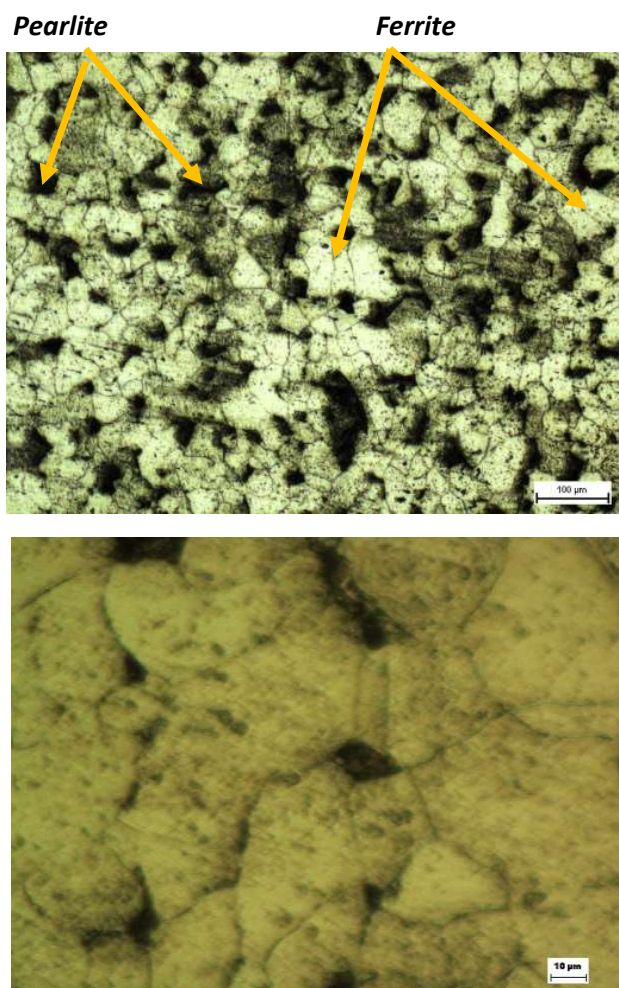


Figure IV.1 Microstructure des échantillons a l'état brut

IV.4.2 Analyse de la Microstructure des échantillons a l'état initial du traitement par cémentation (traitement initial).

D'après Figure IV.2, les microstructures obtenues après le traitement thermochimique par la cémentation gazeuse, les échantillons à l'état initial du traitement ont une transformation dans le cœur, la ferrite et la perlite (état brut) sont transformées en austénite et bainite retenues (après la phase initial du traitement).

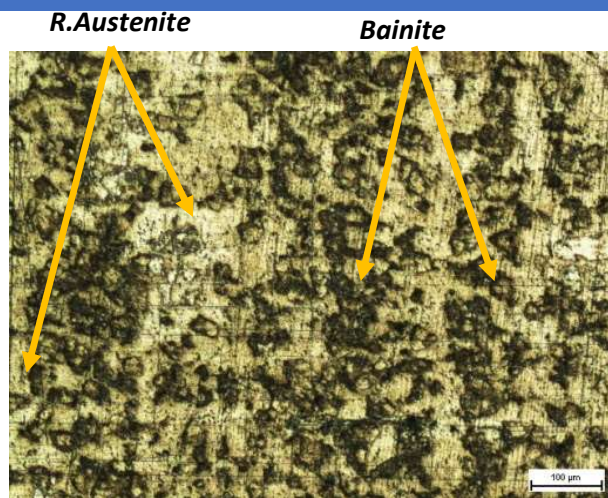


Figure IV.2 La microstructure du Cœur de l'acier traité par la cémentation (traitement initial).

La Figure IV.2, montre qu'après le traitement de cémentation de l'acier XC10 (traitement initial), l'épaisseur de la couche de surface augmente avec l'augmentation du temps de maintien (une couche superficielle durcie jusqu'à 1050 μm μm). Les résultats de l'enrichissement de la couche superficielle en carbone montrent une transformation de l'austénite en martensite et finalement une formation de cémentite (Fe₃C).

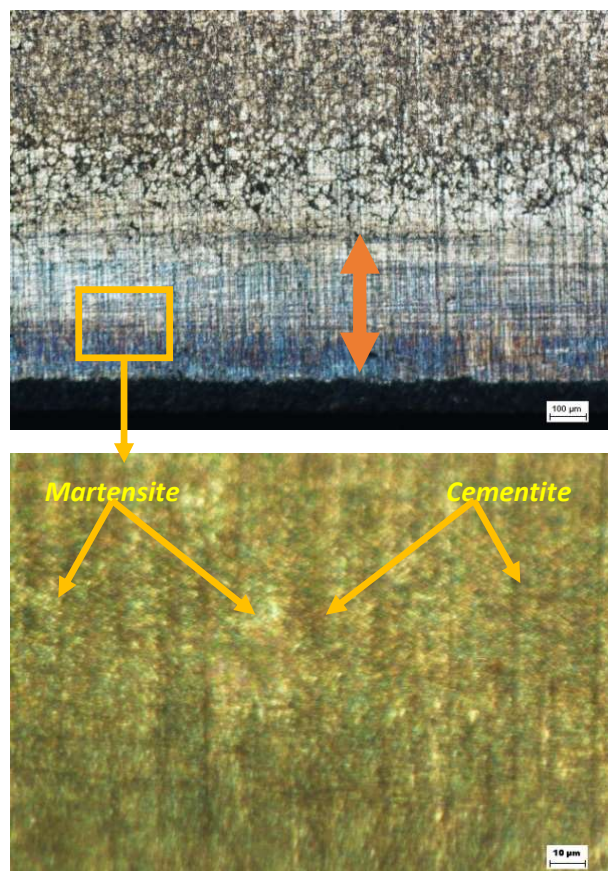


Figure IV.2 La microstructure la couche superficielle durcie de l'acier traité par la cémentation (traitement initial).

IV.4.3 Analyse de la Microstructure des échantillons a l'état final du traitement par cémentation (traitement final)

D'après Figure IV.3, les microstructures obtenues après le traitement thermo-chimique par la cémentation gazeuse, les échantillons à l'état final du traitement ont une transformation dans le cœur, la ferrite et la perlite (état brut) sont transformées en austénite et bainite retenues (après la phase finale du traitement), et aussi la taille des grains augmentent.

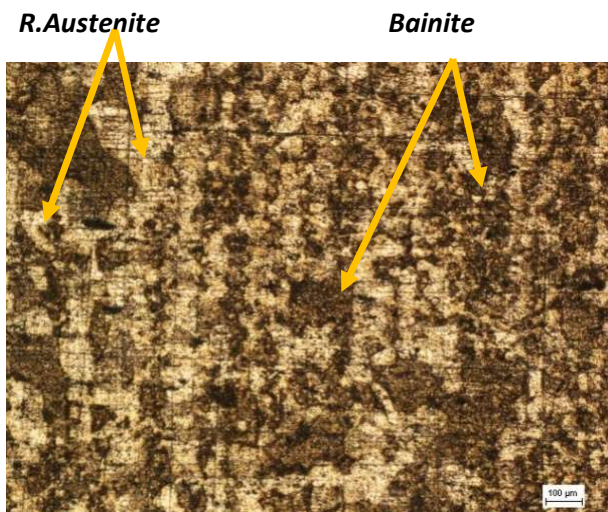


Figure IV.3 La microstructure du Cœur de l'acier traité par la cémentation (traitement final).

La Figure IV.4, montre qu'après le traitement de cémentation de l'acier XC10 (traitement final), l'épaisseur de la couche de surface augmente avec l'augmentation du temps de maintien (une couche superficielle durcie jusqu'à 1440 μm). Les résultats de l'enrichissement de la couche superficielle en carbone montrent une transformation de l'austénite en martensite et finalement une formation de cémentite (Fe₃C), avec l'augmentation la taille des grains.

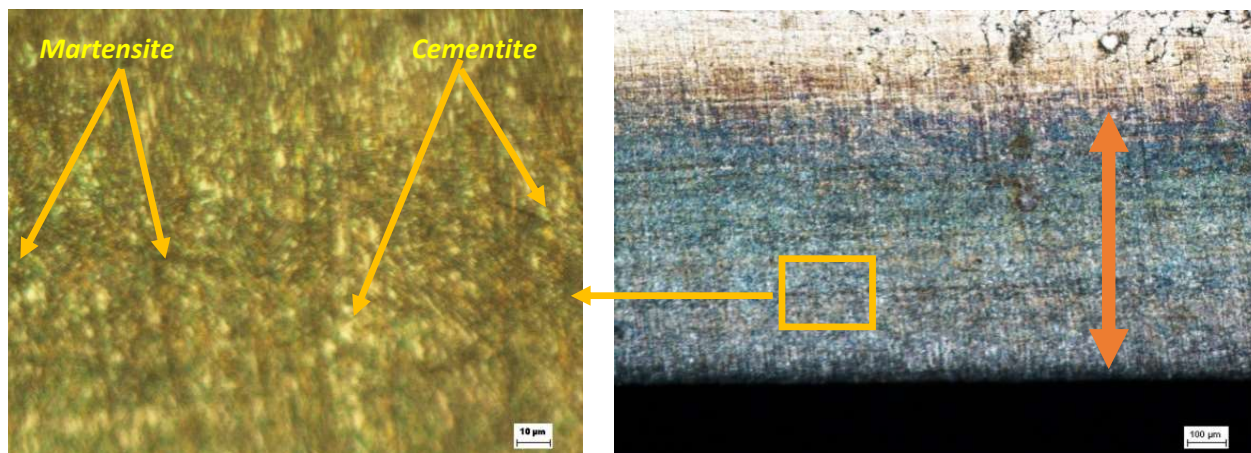


Figure IV.4 La microstructure la couche superficielle durcie de l'acier traité par la cémentation (traitement final).

III.5 Analyse de la régression linéaire

III.5.1 Analyse de régression de la Micro-dureté

L'équation de régression pour les critères de la dureté en fonction des termes qui ont un effet significatif est donnée par l'équation (III.1).

$$Y_{1 \text{ Micro-dureté(HV)}} = -2260 + 264.4 \times A + 2.636 \times B + 57.45 \times C \quad (\text{III.1})$$

Le coefficient de corrélation (R^2) présente la proportion de la variation de la réponse expliquée par le modèle est d'environ $R^2 = 0.970$, ce qui le rend en raisonnable accord avec (R^2) *ajusté* de 0.952.

III.5.2 Analyse de régression de l'épaisseur CSD

L'équation de régression pour les critères de la dureté en fonction des termes qui ont un effet significatif est donnée par l'équation (III.2).

$$Y_{2 \text{ CSD}(\mu\text{m})} = -3984 + 396.7 \times A + 4.852 \times B + 69.46 \times C \quad (\text{III.2})$$

Le coefficient de corrélation (R^2) présente la proportion de la variation de la réponse expliquée par le modèle est d'environ 0.9824, ce qui le rend en raisonnable accord avec (R^2) *ajusté* de 0.9718.

III.6 Comparaison entre les valeurs mesurées et prédites

Le tableau III.5 montre les valeurs qui ont été mesuré expérimentalement et les valeurs prédite où simuler par le logiciel statistique Minitab.

Tableau III.5. Les valeurs mesurées et prédites

Micro-dureté (HV)	M-dureté Prédite	CSD (μm)	CSD Prédite (μm)
581	563.988	1044.76	1018.09
664	674.161	1175.80	1184.60
782	784.334	1361.15	1351.10

637	646.082	1110.35	1127.22
751	756.254	1287.96	1293.73
702	694.081	1232.61	1251.86
764	752.819	1275.40	1276.03
668	690.646	1230.37	1234.15
815	800.818	1419.04	1400.66

III.6.1 Comparaison entre les valeurs mesurées et prédites pour la dureté

La comparaison entre les valeurs expérimentales de la micro-dureté et celles estimées par notre modèle est présentée sur la Figure III.5

Les valeurs prédites et les valeurs expérimentales de la micro-dureté sont très proches les unes des autres. Une bonne corrélation a été montrée entre les deux courbes.

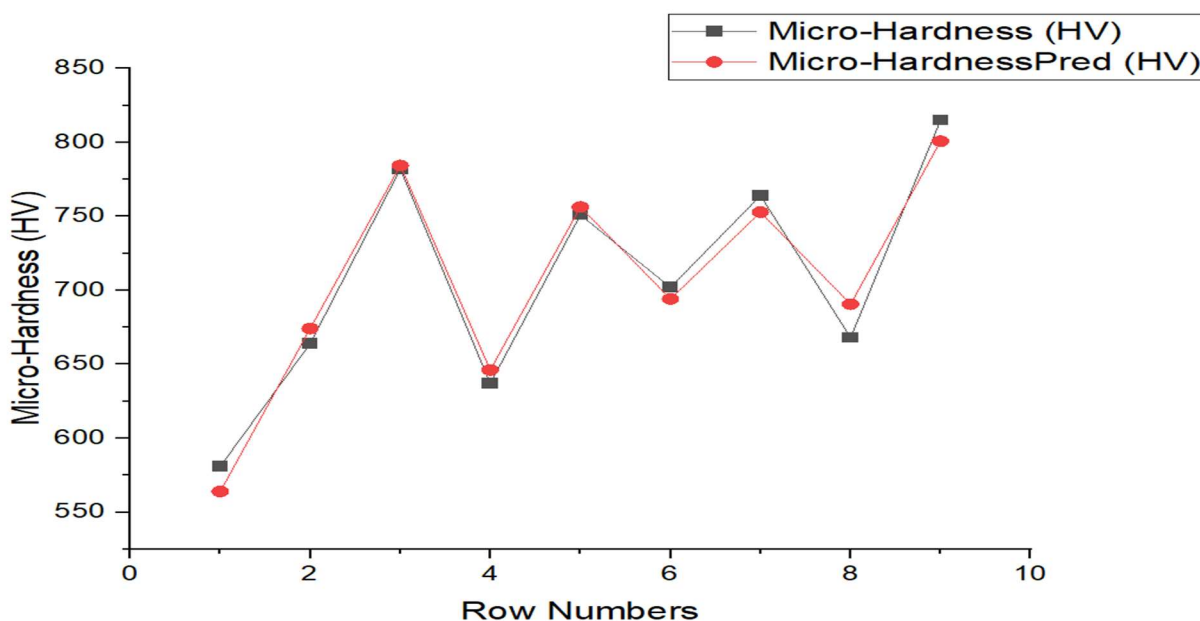


Figure III.5 Comparaison entre les valeurs mesuré et prédite pour la dureté

III.6.2 Comparaison entre les valeurs mesurées et prédites pour l'épaisseur CSD

La comparaison entre les valeurs expérimentales de l'épaisseur de la couche durcie et celles estimées par notre modèle est présentée sur la Figure III.6.

Il est clair que les deux courbes se confondent et les valeurs expérimentales et prédites sont très proches. Nous avons aussi observé qu'une bonne corrélation a été montrée entre les deux courbes.

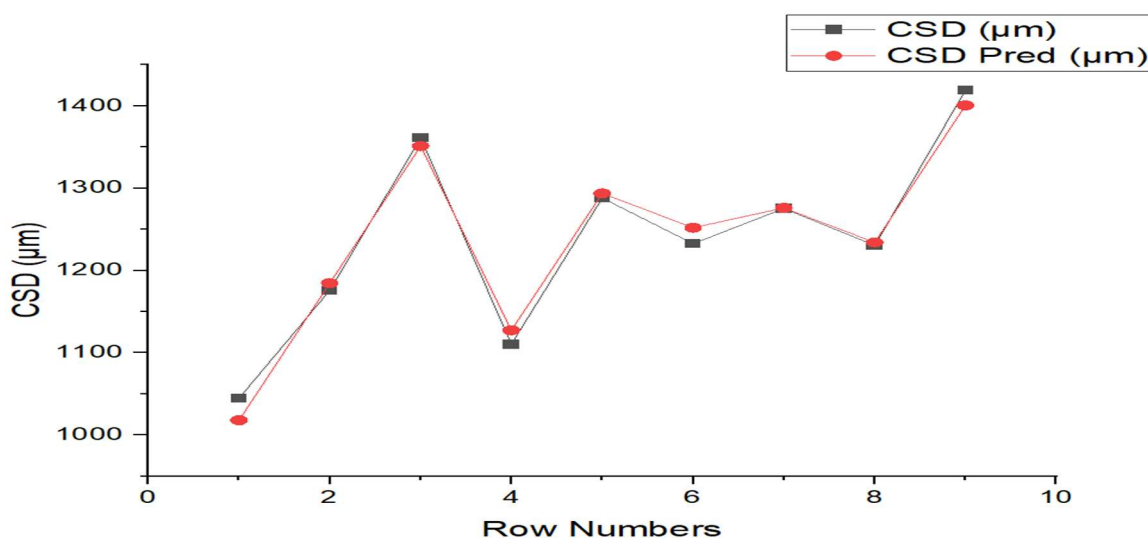


Figure III.6 Comparaison entre les valeurs mesuré et prédite pour CSD.

III.7 Optimisation des paramètres du traitement de cémentation gazeuse

La méthode de régression linéaire a été utilisée pour choisir la combinaison optimale des paramètres de traitement de cémentation gazeuse, ce qui conduit à la maximisation de la micro-dureté et de l'épaisseur de la couche durcie. Trois facteurs sont utilisés pour l'optimisation : le débit de carbone (A), la température (B) et le temps de maintien (C). Selon les résultats prédits montrés dans le tableau 6 et confirmés dans la figure 6.

La figure 6 illustre la meilleure solution des valeurs de réponse optimales pour la micro-dureté, l'épaisseur de la couche durcie et le teneur en carbone, sont respectivement égales à **830.57 HV**, **1419.15** et **0.88% μm** . Elles ont été obtenues pour un débit de carbone de **1,2%**, une température de **929,5°C** et un temps de maintien de **6 heures** avec une désirabilité composite de 0,995 (très proche de 1) comme le montre le tableau 6.

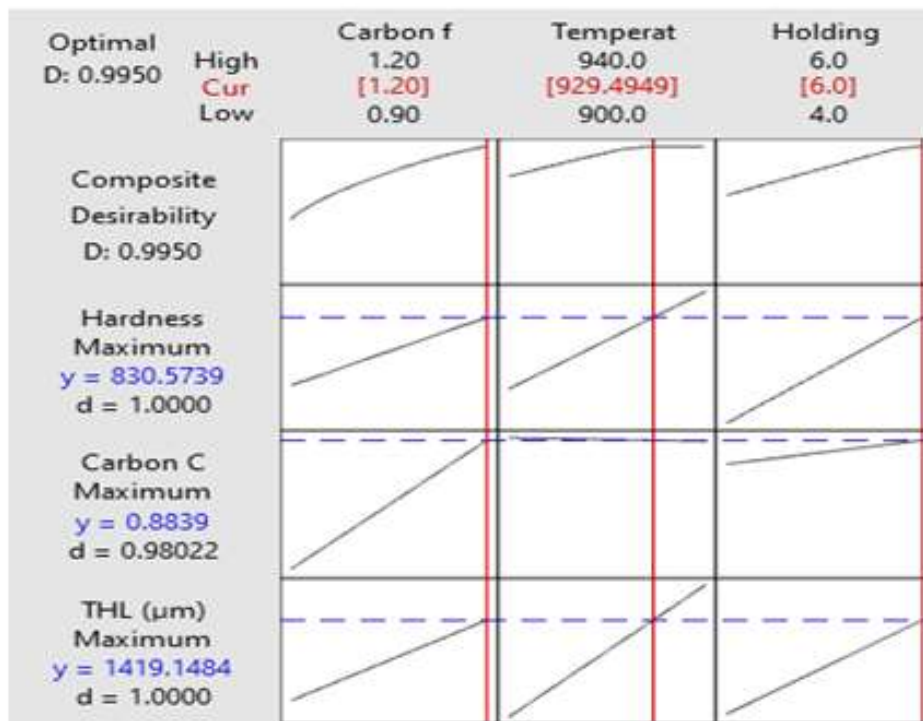


Figure III.6. Graphique d'optimisation de la réponse pour les paramètres de la cémentation du gazeuse.

Tableau III.6. Les meilleures solutions pour les paramètres du traitement de cémentation au gazeuse avec les réponses correspondantes.

Solution	Débit de carbone (%)	Temperature (°C)	Temps de Maintien (h)	Micro-Dureté(HV)	CSD (µm)	Teneur en carbone (%)	Composite Desirability
1	1.20	929.50	6.00	830.57	1419.15	0.883	0.995
2	1.20	940.00	6.00	858.27	1470.12	0.881	0.993
3	1.14	940.00	6.00	843.03	1445.59	0.818	0.942
4	1.20	940.00	4.29	760.13	1351.47	0.833	0.777
5	1.01	940.00	6.00	810.54	1393.32	0.68	0.775
6	1.20	940.00	4.01	743.90	1331.84	0.83	0.720
7	1.20	916.47	4.01	681.75	1217.53	0.83	0.500
8	1.20	916.33	4.01	681.39	1216.86	0.83	0.499
9	1.20	900.00	4.01	638.61	1137.94	0.83	0.324

Conclusion

Dans ce chapitre nous avons montrés l'influence des paramètres de traitement thermochimique (Débit, température et temps de maintien) sur les réponses ; la micro-dureté et l'épaisseur de la couche superficielle, on utilisant la méthodologie de la régression linéaire associé à l'analyse de variance ANOVA. Les modèles mathématique permettent de nous donner simuler les valeurs de Micro-dureté et la CSD et optimiser les conditions de traitement pour des meilleurs valeurs de réponse.

Conclusions Générales

Conclusions Générales

Le modèle réalisée dans la présente étude selon le plan expérimental L9 de Taguchi combiné à l'analyse de la régression linéaire a été adoptée pour identifier les paramètres optimaux du traitement de cémentation gazeuse tels que le temps de maintien, le débit de carbone et la température utilisés pour optimiser les réponses expérimentales, à savoir la micro-dureté, le teneur en carbone et l'épaisseur de la couche durcie. Les résultats expérimentaux ont été évalués et validés par la méthode d'analyse ANOVA. Après le traitement de cémentation, nous pouvons observer la microstructure de l'acier (cœur et bord). Les principales conclusions peuvent être résumées comme suit :

1. L'analyse de la variance (ANOVA) a conclu que le temps de maintien et la température ont un effet significatif sur l'épaisseur CSD, suivie par le débit de carbone.
2. D'après (ANOVA) le temps de maintien et la température ont une grande influence sur la Micro-dureté, suivie par le débit de carbone.
3. Les modèles mathématiques développés par la régression linéaire sont efficaces, ils permettent de faire une prédiction et une optimisation des réponses.
4. Les réponses optimales obtenues telles que la micro-dureté, l'épaisseur de la couche durcie, les teneurs en carbone sont respectivement de 830.57 HV, 1419.15 μm et 0.883 %, et elles ont été obtenues pour un débit de carbone de 1.2%, une température de 929.5°C et un temps de maintien de 6 heures avec une désirabilité composite très proche de 1.
5. L'enrichissement de la couche superficielle en teneur en Carbone montre la transformation de l'austénite en martensite et enfin en cémentite (Fe_3C), ce qui augmente l'épaisseur de la couche superficielle par plus de 1400 μm .
6. En fin de compte, les modèles développés dans cette étude aideront les industries à améliorer la conception des processus de fabrication de différents produits tels que : les engrenages, les vis, les arbres, les plaques laminées, les rouleaux, les bandes et les leviers.

Perspectives

1. Travaillé avec des autres techniques de traitement des résultats tel que les ; le réseau neuronal artificiel (ANN), l'algorithme génétique (GA), le flou, l'optimisation multi-objectifs, la méthode des éléments finis (FEM) et le grade de la relation grise (GRA).
2. Faire des autre tests tel que ; la ténacité, les autres tests de la résistance des matériaux (traction, flexion, compression et choc).
3. Faire des travaux expérimentaux pour voir l'influence du traitement thermochimique par cémentation gazeuse sur la résistance des aciers traité a l'usure et aussi a la corrosion.
4. D'autres traitements thermochimiques tels que la carbonituration et la nitruration seront aussi souhaitables en vue d'améliorer les propriétés de surface aciers faible au carbone.
5. Faire une comparaison entre les différents traitements thermochimiques.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] “Ghomari Fouad «Science des matériaux de construction», universite aboubekr belkaid_tlemcen p 45, 2006,2007.”
- [2] “Hazard et coll Mémotech «Structures métalliques », casteilla, 2000, p 14.”
- [3] “K Luis « Science et génie des matériaux modulo Editeur », 2001,233av mont royal, canada.”
- [4] “N_bouaoudja, « Matériaux métallique », édition OPU Alger.”
- [5] “Fabrication mécanique complexe moteurs tracteurs Constantine Cirta 6708.”
- [6] “P_canât « Aciers inoxydables critères de choix et structure »; technique de l’ingénieur, M4541, 11112012.”
- [7] “C_Pierre-Jean « Acier inoxydable, Critère de choix et structure », Techniques de l’Ingénieur, traité matériaux métalliques, mb4, dossier m4540, paris (2000).”
- [8] “G, Murry, « aciers généralités », techniques de l’ingénieur, traité matériaux métalliques m300, centre français d’exploitation 2002.”
- [9] “J, Dorlot , j_bailon, j_massonave, « génie des matériaux »;2eme édition dunod ,1986.”
- [10] “M, Dupeux, « aide-mémoire science des matériaux », paris 2004.”
- [11] “S, BENZAADA, « Traitements thermiques, classification et désignation des aciers et fontes »,p,80 « en ligne » www.”
- [12] “E_J MITTEMEIJER , J_T SLYCKE, « Chemical potentials and activities of nitrogen and carbon imposed by gaseous nitriding and carburizing atmospheres », Surf_Eng_ 12(2)_ 1996.”
- [13] “J_R, DAVIS, « Surface Hardening of Steels- Understanding the Basics’; ASM International, 2002.”
- [14] “M,M,BCHAUPINIL, L,SERAPLIR , R_TRIWT, « Analogies et différence entre les

- traitements de carbonitruration et de cémentation », *Aciers spéciaux* №13, 1975.”
- [15] “R_ LEVEQUE, « Traitement superficiels des aciers à outils », *Techniques de l’Ingénieur*, 1993, M1135, Paris, France.”
- [16] “H_ HERNS, H_ FR_ HINZ AND I, M, HUCKLENBROICH, « Progress in tool steel », *Proceeding of the 4th international Conference on tooling*, 1996, University Bochum.”
- [17] “V_ YAKUB, A_ TIJANI, « Modeling and Simulation of Thermo chemical Heat Treatment Processes A Phase Field Calculation of Nitriding in Steel », *PHD thesis, university of Bremen* 2008.”
- [18] “D_ GHIGLIONE, C_ LEROUX, « Pratique des traitements thermochimiques, cémentation, carbonitruration » ; *Technique de l’ingénieur* M1226, page 2-20.”
- [19] “X_ AN, J_ CAWLEY, W_ M_ RAINFORTH AND L_ CHEN, « *Spectrochemica Acta-Part B* », 58, 689-698, 2003,.”
- [20] “R, DESGAGNES, R, LANGEVIN, « guide d’auto-apprentissage pour les opérateurs en traitement thermique », *Le Comité sectoriel de la main-d’œuvre dans la fabrication métallique industrielle (PERFORM), Bibliothèque et Archives.*”
- [21] “A_ MOUUSA, « Amélioration des propriétés de surface d’un acier à outils de travail à chaud par des traitements thermiques et thermochimiques (Cémentation) », *Mémoire de Magister, Université Badji-Mokhtar Annaba*, 2011.”
- [22] “G_ KRAUSS, « Microstructure and properties of carburized steel’ , In *Metals handbook_ Heat treating, vol_ 4_ Materials Park, OH ASM International; p_363–75, 1991.*”
- [23] “G_ PARRISH, «Carburizing microstructures and properties», *Materials Park, OH ASM International; 1999.*”
- [24] “J_ P_ PEYRE, TOURNIER, «Choix des traitements thermiques superficiels », *RPM CETIM Senlis* 1985.”
- [25] “Y_ UEDA, N_ KANAYAMA, K_ ICHII, T_ OISHI, « *Surface and Coatings*

Technology »; p50, 193, 2005.”

- [26] “K_ OLGA ROWAN AND RICHARD D, JR_ Sisson «Effect of Alloy Composition on Carburizing Performance of Steel »Journal of Phase Equilibria and Diffusion JPEDAV ASM International, 2009.”
- [27] “J_ BANALIS, G_ MEADER, « Précis de métallurgie-Elaboration, structure, propriétés, normalisée» ; Edition Nathau 1997.”
- [28] “A_ CONSTANT, G_ HENRY ET J_ C_ CHRIBONNIER, « Principes de base des traitements thermiques, thermomécaniques, et thermochimiques des aciers », Edition 1992.”
- [29] “P_ MICHAUD, « Compréhension du rôle des éléments carburières dans la performance de nuances d’aciers destinées aux outillages pour l’injection d’alliages légers », aciers spéciaux N°35,1986.”
- [30] “J_ BLOUET, R_ GRAS, « Traitement et revêtement de surface pour application tribologique », P34, CETIM, 1994.”