

---

**Université ABBES LAGHROUR Khenchela**



جامعة عباس لغرور خنشلة  
Faculté des 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)**

**Filière : Génie Mécanique**

**Spécialité : Génie Mécanique Productive Spécialisée**

## Thème

---

Élaboration et caractérisation de  
revêtements à base de nitrures de  
l'acier 42CrMo4 : Propriétés  
structurales et mécaniques

---

**Réalisés par :**

- KHALLOUT Zakaria
- BARDOUK Zakaria

**Membres de jury**

- Président : **DJEBAILI Hamid** Pr Univ. Abbès Laghrou - Khenchela
- Rapporteur : **SAOUDI Abdenour** MCA Univ. Abbès Laghrou - Khenchela
- Examineur : **BERKIA Abdelhak** MAA Univ. Abbès Laghrou - Khenchela

---

**Année universitaire : 2021-2022**

---

# Remerciements

- ❖ Nous sommes heureux d'exprimer nos remerciements à tous ceux qui nous ont conseillés ou dirigés et ont contribué à la préparation de cette recherche en nous fournissant les références et les ressources nécessaires à toutes ses étapes, et nous remercions particulièrement notre honorable à l'encadreur Dr. SAOUDI ABDENOUR
- ❖ Nous remercions également l'administration de la Faculté des Sciences et Techniques de l'université (Abbes Laghrour Khenchela). Nous remercions également toute l'Entreprise de Construction Mécanique Khenchela (ECMK), de nous avoir acceptés dans leur laboratoire et d'avoir assuré la partie expérimentale de cette maîtrise.

# Dédicace

Je voudrais dédier ce travail en signe de respect et de gratitude : aux personnes chères qui ont partagé mes joies et mes peines, qui ont toujours été à mes côtés, et qui ont fait de moi ce que je suis aujourd'hui : ma mère, mon père. et mon ami (azzouz bahri). Et tous ceux qui m'ont aidé à compléter ce message.

- ❖ En particulier un grand merci à Dr. SAOUDI ABDENOUR. qui m'a aidé et soutenu dans cet effort.

# Dédicace

Je dédie ce travail à mes chers parents pour avoir toujours marché à mes côtés, et pour m'avoir encouragé chaque jour, merci pour leur aide, leurs sacrifices et leurs prières tout au long de ma vie.

Merci à mes frères et mon ami (Azzouz Bahri) qui m'ont encouragé à atteindre ce niveau.

- ❖ En particulier un grand merci à Dr. SAOUDI ABDENOUR. qui m'a aidé et soutenu dans cet effort.

### Résumé

L'objectif de notre travail est d'étudier l'influence de traitement thermo-chimique par nitruration sur les propriétés structurales et mécaniques de l'acier 42CrMo4. Nous avons réalisé une série des éprouvettes pour les essais mécaniques (deux éprouvettes de traction ( $E_{t0}$ ,  $E_{t1}$ ) et deux éprouvettes de résilience ( $E_{c0}$ ,  $E_{c1}$ )). Avant nitruration, l'acier 42CrMo4 présente une structure ferrito-perlitique dans toutes les régions avec des propriétés mécaniques modestes (limite élastique simple  $R_e$ , module de Young  $E$ , résistance à la rupture  $R_m$ ) et une ductilité élevée. Après 13 heures de nitruration de l'acier 42CrMo4, la structure de la couche superficielle est modifiée à l'effet de la combinaison de l'azote avec le fer en formant de nitrures de fer  $\epsilon$  ( $Fe_{2-3}N$ ) et  $\gamma'$  ( $Fe_4N$ ) ou avec d'autres nitrures d'alliages qui sont très dures et fragiles en améliorant les propriétés mécaniques. La fragilité est parmi les défauts créés après nitruration, où l'acier 42CrMo4 nitruré est le résultant d'une couche superficielle (dure et fragile) reposant sur un cœur (tendre et ductile).

### Abstract

The objective of our work is to study the influence of thermochemical treatment by nitriding on the structural and mechanical properties of 42CrMo4 steel. We produced a series of specimens for the mechanical tests (two tensile specimens ( $E_{t0}$ ,  $E_{t1}$ ) and two resilience specimens ( $E_{c0}$ ,  $E_{c1}$ )). Before nitriding, 42CrMo4 steel exhibits a ferritic-pearlitic structure in all regions with modest mechanical properties (single yield point  $R_e$ , Young's modulus  $E$ , breaking strength  $R_m$ ) and high ductility. After 13 hours of nitriding of 42CrMo4 steel, the structure of the surface layer is modified due to the effect of the combination of nitrogen with iron forming iron nitrides  $\epsilon$  ( $Fe_{2-3}N$ ) and  $\gamma'$  ( $Fe_4N$ ) or with other alloy nitrides which are very hard and brittle improving mechanical properties. Brittleness is among the defects created after nitriding, where nitrided 42CrMo4 steel is the result of a surface layer (hard and brittle) resting on a core (soft and ductile).

### ملخص

الهدف من عملنا هو دراسة تأثير المعالجة الحرارية الكيميائية عن طريق النتررة على الخواص الهيكلية والميكانيكية للصلب 42CrMo4. لقد أنتجنا سلسلة من قطع الاختبار للاختبارات الميكانيكية (قطعتين اختبار الشد ( $E_{c0}$ ,  $E_{c1}$ ) واثنين من قطع اختبار المرونة ( $E_{t0}$ ,  $E_{t1}$ ). قبل النتررة، 42CrMo4 لديه هيكل الفريت-بيرليتيك في جميع المناطق مع خصائص ميكانيكية متواضعة (حد المرونة البسيطة  $R_e$ ، معامل يونغ  $E$ ، قوة الكسر  $R_m$ ) وليونة عالية بعد 13 ساعة من نتررة الفولاذ 42CrMo4، يتم تعديل هيكل الطبقة السطحية من خلال تأثير مزيج النيتروجين مع الحديد عن طريق تشكيل نيتريد الحديد- ( $\epsilon$  ( $Fe_{2-3}N$ ) و  $\gamma'$  ( $Fe_4N$ )) أو مع نيتريدات سبيكة أخرى صلبة وهشة للغاية من خلال تحسين الخواص الميكانيكية. الهشاشة هي من بين العيوب التي تم إنشاؤها بعد النتررة، حيث يكون الفولاذ 42CrMo4 ناتجا عن طبقة سطحية (صلبة وهشة) تركز على قلب (ناعم ومرن).

# Introduction générale

---

# Introduction générale

---

## Introduction générale

Les aciers sont essentiellement des alliages de fer et de carbone, qui contiennent en outre certains autres éléments introduits en faibles quantités au moment de leur élaboration (dans les aciers alliés, on introduit par exemple des éléments d'alliages dans le but de modifier les propriétés des aciers de base). Dans tous les cas, la teneur en carbone des aciers est inférieure de 2.11 % en fonction du nombre d'éléments d'alliages ajoutés au fer et de leurs teneurs, les aciers présentent un très grand nombre de nuances différentes.

La nitruration est l'un des traitements thermochimiques qui trouve leur application dans plusieurs secteurs industriels destinés aux aciers d'une teneur en carbone comprise entre 0,3 et 0,45%. Une addition de molybdène est nécessaire afin d'éviter une éventuelle fragilisation lors du maintien à 500°C. Notre travail est pour étudier l'influence de la nitruration sur la morphologie et la nature des couches nitrurées de l'acier 42CrMo4.

Le mémoire est composé de trois chapitres principaux :

- Le chapitre I : résume les notions générales des aciers et leurs compositions chimiques, ainsi que différentes familles et phases, ses défauts et les domaines d'application.
- Le chapitre II : présente une étude fondamentale des traitements thermochimiques par nitruration en définissant les techniques et les étapes de ce traitement.
- Le chapitre III : s'articule sur la discussion des résultats expérimentaux des propriétés structurales et mécaniques de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration.

# **Chapitre I**

## Généralités sur les aciers

---

# Sommaire

I.1. Introduction .....	1
I.2. Définition de l'acier .....	1
I.3. Fabrication de l'acier .....	1
I.3.1. Acier de la filière fonte.....	2
I.3.1.1. Préparation des compositions chimiques .....	3
I.3.1.1.1. Rendre le minerai assimilable par le haut-fourneau.....	3
I.3.1.1.2. Extraire le fer de minerai .....	3
I.3.1.1.3. Eliminer les éléments indésirables de la fonte.....	4
I.3.1.1.4. Ajustement de la composition chimique de l'acier obtenir de fonte.....	4
I.3.2. Filière ferrailles et four électrique des aciers.....	4
I.3.2.1. Panier à ferrailles des aciers .....	5
I.3.2.2. Four électrique des aciers .....	5
I.3.2.3. Moussage de laitier par injection de carbone et d'oxygène .....	5
I.3.2.4. Station d'affinage et mise à nuance de l'acier.....	6
I.3.2.5. Affinage constitué de divers traitements de l'acier.....	6
I.3.2.6. Chauffage en poche de l'acier .....	7
I.3.2.7. Dégazage en cuve.....	7
I.3.2.8. Préparer les ferrailles.....	8
I.3.2.9. Fondre la matière première.....	8
I.3.2.10. Ajustement de la composition chimique de l'acier obtenir de matière première .....	8
I.3.3. Transformation de l'acier liquide au produit demi-fines .....	9
I.3.3.1. Coulée de l'acier en lingots .....	9
I.3.3.2. Lingots.....	9
I.3.3.3. Coulée de l'acier en continue .....	9
I.3.3.4. Principe de coulée continue .....	10
I.3.4. Aciers demi-produits aux produits finis .....	10
I.3.4.1. Aciers produits plats.....	10
I.4. Influence des éléments d'addition sur les aciers.....	11
I.5. Diagramme d'équilibre fer-carbone .....	13
I.6. Différentes phases de l'acier .....	15
I.6.1. Ferrite $\alpha$ .....	15
I.6.2. Ferrite $\delta$ .....	15
I.6.3. L'austénite $\gamma$ .....	15
I.6.4. Cémentation (Carbone de fer $Fe_3C$ ).....	15

I.6.5. Perlite .....	15
I.7. Classification des aciers .....	16
I.7.1. Classification par emplois. ....	16
I.7.2. Classification par composition chimique .....	16
I.7.2.1. Aciers non alliés.....	16
I.7.2.2. Aciers faiblement alliés .....	16
I.7.3. Aciers fortement alliés .....	17
I.8. Propriétés des aciers.....	17
I.9. Aciers pour nitruration .....	18
I.10. Défauts des aciers .....	19
I.10.1. Soufflure.....	19
I.10.2. Pailles .....	19
I.10.3. Repli de l'acier .....	19
I.10.4. Crique .....	19
I.10.5. Tapure.....	20
I.10.6. Retassure.....	20
I.10.7. Gouttes froides .....	20
I.11. Domaine d'application des aciers .....	20
I.11.1. Acier dans le secteur de l'automobile .....	20
I.11.2. Secteur du B.T.P., premier utilisateur d'acier .....	20
I.11.3. Acier dans la vie quotidienne .....	21
I.11.4. Acier pour soigner.....	21
I.11.5. Mécanique et technologie.....	21
I.11.6. Acier pour la mécanique.....	21
I.12. Conclusion.....	22
Référence.....	23

## Liste des figures

Figure. I.1. La chaîne complète de la filière fonte . . . . .	2
Figure. I.2. Matières premières de l'acier liquide . . . . .	3
Figure. I.3. Schéma de filière ferrailles et four électrique des aciers . . . . .	4
Figure. I.4. Four électrique des aciers . . . . .	5
Figure. I.5. Un affinage des aciers . . . . .	7
Figure. I.6. Chauffage en poche de l'acier . . . . .	7
Figure. I.7. Le dégazage en cuve . . . . .	8
Figure. I.8. Coulée de l'acier en lingots . . . . .	9
Figure. I.9. Coulée des aciers en continue . . . . .	10
Figure. I.10. Différentes formes de l'acier . . . . .	10
Figure. I.11. Acier en plaques . . . . .	11
Figure. I.12. Acier plat pour laminier à froid . . . . .	11
Figure. I.13. Le diagramme métastable de cémentite . . . . .	14
Figure. I.14. Diagramme stable de graphite . . . . .	14
Figure. I.15. Schéma de différentes phases de l'acier . . . . .	15
Figure. I.20. Utilisation de l'acier dans la vie quotidien . . . . .	21

## Liste des tableaux

Tableau I.1. Influence des éléments d'addition dans l'acier .....	13
---	----

**I.1. Introduction**

Malgré toutes ces nouveautés dans le domaine des aciers demeureront les métaux les plus utilisés dans l'industrie. Aujourd'hui les aciers sont des matériaux d'un grand intérêt industriel en raison de leur large gamme d'emploi. La métallurgie, l'industrie mécanique, l'industrie du bâtiment considèrent l'acier comme un matériau de base. La grande diversité de leurs nuances et la possibilité de réaliser des traitements thermiques et thermomécaniques conditionnant les propriétés mécaniques de ces aciers permettent de couvrir une gamme d'applications extrêmement large. Leurs propriétés mécaniques sont étroitement liées à la microstructure de l'alliage, donc à sa composition et aux traitements thermiques appliqués. Enfin, leurs faibles coûts présentent un grand intérêt pour leurs utilisations. Les éléments d'alliages jouent un rôle prépondérant dans les différentes transformations de phases des aciers. L'étude de leur rôle, de leur influence et des conditions dans lesquelles elles surviennent constitue donc une étape incontournable dans la compréhension des différentes propriétés d'un alliage. Ces éléments influent sur les différentes propriétés en modifiant les transformations, leur cinétique, et par conséquent, les microstructures obtenues.

**I.2. Définition de l'acier**

L'Acier est un alliage fer-carbone contenant moins de 2.11% de carbone, et d'autres éléments d'alliages. Le fer contenu dans l'acier provient soit de minerai, soit du recyclage. Pour transformer la fonte en acier, il suffit de la débarrasser de son carbone excédentaire en le brûlant avec de l'oxygène. La composition chimique de l'acier liquide obtenu à partir de la fonte ou par fusion de fer recyclé doit ensuite être ajustée en fonction des propriétés de mise en œuvre et d'utilisation souhaitées. L'acier liquide est ensuite solidifié, généralement sous une forme assez massive, puis mis en forme habituellement par laminage à chaud et éventuellement par laminage à froid pour les tôles les plus minces. Les tôles minces peuvent être revêtues d'une couche très fine d'un autre métal, par exemple d'étain pour le fer-blanc ou de zinc pour les tôles galvanisées, voire enduites d'un revêtement organique (vernis, peinture...) avant d'être livrées [1].

**I.3. Fabrication de l'acier**

Les métaux ferreux sont connus depuis la plus haute antiquité sous la dénomination de « fer ». L'âge du fer sert à désigner le tournant décisif de la civilisation humaine après l'âge de la pierre et l'âge du bronze. Si l'on se place du point de vue de la chronologie historique, on peut dire que la production industrielle de l'acier est relativement récente puisqu'elle remonte à une centaine d'années environ.

L'acier est un matériau multi-usage, il a fallu des millénaires pour aboutir à un stade rudimentaire de fabrication de l'acier, et quelques siècles pour voir naître les premières installations à caractère

industriel, c'est en quelques dizaines d'années que se sont créées les nouvelles techniques et les puissantes installations qui conduisent à de meilleures fabrications et à des utilisations toujours plus nombreuses de l'acier.

On distingue deux filières d'approvisionnement de l'aciérie : l'une dite filière fonte, alimentant les hauts fourneaux, et l'autre dite filière électrique, alimentant les fours électriques [2,3].

**I.3.1. Acier de la filière fonte**

Les différences fondamentales entre les aciers de la filière fonte et ceux de la filière électrique sont qu'ils sont créés à partir de deux matières premières principales, le minerai de fer et le charbon. La production d'acier liquide, avant coulée, va se faire à partir des hauts fourneaux et de la fonte liquide à 1400°C. Pour réaliser cette fonte, il est nécessaire de préparer les matières premières dans une usine constituée d'une cokerie et d'une usine d'agglomération. La filière fonte est essentiellement mise en œuvre dans ce qu'on appelle les usines intégrées. Le schéma ci-après représente, de façon schématique, la chaîne complète de cette filière depuis l'usine d'agglomération où sont préparées les matières premières jusqu'aux produits finis [2,3].

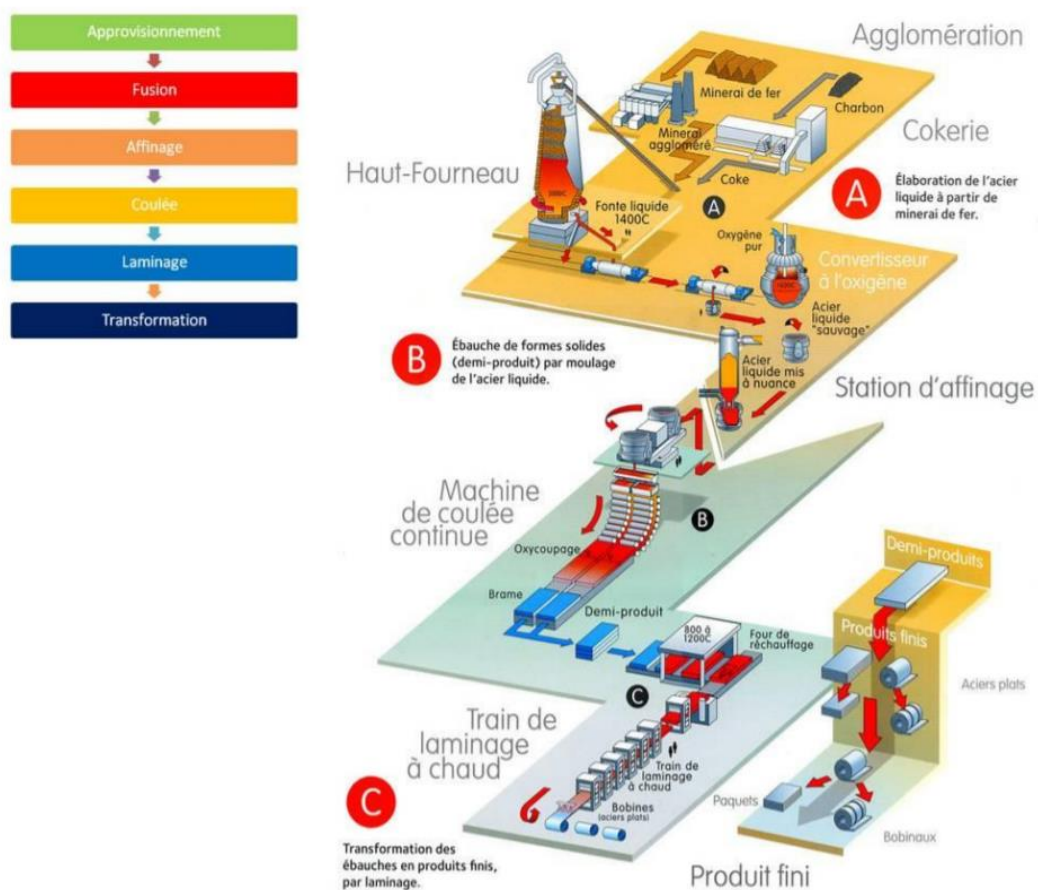


Figure. I.1. La chaîne complète de la filière fonte [4].

### I.3.1.1. Préparation des compositions chimiques

La première étape vise à combiner selon des dosages précis, les composants chimiques de l'acier : fer et carbone (composants de base) et éventuels additifs qui vont différencier les qualités de l'acier en fonction de son utilisation future.

Une succession d'opérations visant à :

#### I.3.1.1.1. Rendre le minerai assimilable par le haut-fourneau

Le minerai brut est homogénéisé avant d'être chargé sur la chaîne d'agglomération avec des additions (chaux, castine) et du combustible (poussier de coke, anthracite). Après combustion, il prend la consistance d'un mâchefer poreux : c'est le minerai aggloméré.

#### I.3.1.1.2. Extraire le fer de minerai

Le minerai d'origine, est un mélange d'oxydes de fer et de gangue. Il est versé dans le haut-fourneau en couches alternées avec du coke, de l'air chaud (jusqu'à 1250 °C) est injecté par des tuyères en partie basse, ce qui active la réduction des oxydes de fer par le carbone de coke. Dans la partie basse, appelée creuset, on obtient la fonte liquide qui contient :

- 94 à 96 % de fer.
- 3 à 5 % de carbone (reste de coke non brûlé).
- 1 à 2 % d'éléments non ferreux (soufre, silicium, phosphore, etc.) contenus dans les matières enfournées.

Une partie du coke peut être remplacée par du charbon pulvérisé injecté au niveau des tuyères du haut-fourneau. La gangue liquide se sépare de la fonte, en raison de sa moindre densité, et constitue un coproduit valorisé : le laitier de haut fourneau. La fonte liquide, récupérée en bas du haut-fourneau est acheminée vers l'aciérie au moyen de wagons-poches (Voir fig.I.2) [2,3].



Figure. I.2. Matières premières de l'acier liquide [2,3].

### I.3.1.1.3. Eliminer les éléments indésirables de la fonte

La conversion de la fonte en acier s'effectue dans une cornue géante, où la fonte liquide est versée dans le convertisseur sur une charge de chaux et de ferrailles. On insuffle de l'oxygène, qui brûle presque totalement les éléments indésirables (carbone, silicium, phosphore, ...). Les oxydes ainsi formés sont fixés par la chaux et forment un laitier qui est évacué pour être valorisé, il reste presque que le fer pur. Cette combustion provoque une élévation de la température du bain qui dépasse 1250 °C (fonte liquide) à plus de 1600 °C (acier liquide) [2,3].

### I.3.1.1.4. Ajustement de la composition chimique de l'acier obtenu de fonte

Les réactions chimiques ont lieu sous vide ou sous atmosphère contrôlée pour toutes parties des opérations :

- Addition des éléments d'alliage.
- Divers traitements visant à améliorer la pureté et la qualité du métal (dégazage, homogénéisation, etc.).

### I.3.2. Filière ferrailles et four électrique des aciers

Les aciers de la filière électrique sont essentiellement créés à partir d'une source d'aciers recyclés. Ces ferrailles sont récupérées et triées dans un parc à ferrailles qui va alimenter un four électrique à arc. L'abondance de l'énergie électrique dans les pays modernes et l'organisation de la filière de récupération et de tri, ont permis d'élargir l'utilisation de cette filière à la production d'aciers de tout type et de plus en plus aux aciers de qualité. Cette filière est en perpétuelle évolution technique et représente une part de plus en plus importante de la fabrication d'acier dans le monde (41% en Europe en 2010) [2,3].

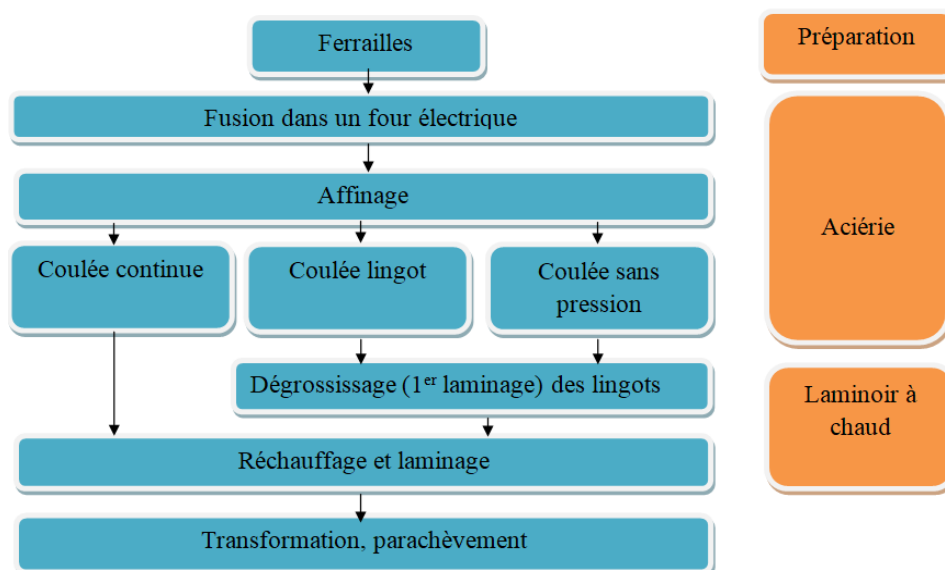


Figure. I.3. Schéma de filière ferrailles et four électrique des aciers [2,3].

### I.3.2.1. Panier à ferrailles des aciers

Le panier à ferrailles sert à charger le four électrique dont la partie supérieure s'ouvre pour faciliter cette opération. Le panier à ferrailles est chargé par le haut grâce à un aimant à ferrailles et le fond du panier s'ouvre en deux pour le déchargement dans le four. Les ferrailles sont classées par catégories dans le parc à ferrailles, et à partir de ces classements constituent les charges du four à arc de fusion. La ferraille ainsi triée et valorisée, est une matière noble (pour certains éléments d'alliages qu'elle contient ou par la limitation de certains éléments résiduels nocifs) [2,3].

### I.3.2.2. Four électrique des aciers

Le réacteur lui-même est une cuve de forme cylindrique en acier, garnie dans la partie basse de matériaux réfractaires (la sole destinée à contenir le métal liquide) et dans la partie haute de panneaux refroidis à l'eau. Cette cuve est fermée par une voûte éclipse blé refroidie à l'eau.

Dans la voûte sont aménagés divers passages pour les électrodes, l'aspiration des fumées, etc. L'énergie électrique est amenée par des électrodes en graphite qui plongent dans la cuve. Dès le panier chargé, la puissance électrique est appliquée pour fondre la charge. Tant qu'il demeure de la ferraille le long des parois de la cuve, on applique la puissance électrique maximale. Dans le même temps, de l'oxygène est injecté par lances et des brûleurs ont pour mission de dégager les points froids [2,3].

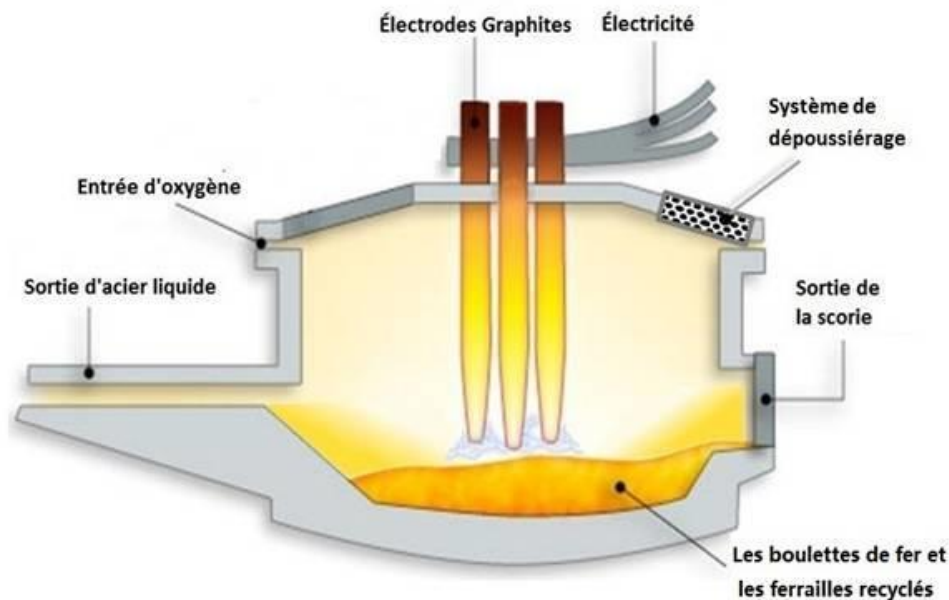


Figure. I.4. Four électrique des aciers [2,3].

### I.3.2.3. Moussage de laitier par injection de carbone et d'oxygène

Dès qu'une quantité suffisante de bain liquide et de laitier est obtenue, une injection de carbone et d'oxygène est pratiquée dans le bain afin de faire mousser le laitier. Ce moussage de laitier a une double fonction :

- Permettre le maintien le plus longtemps possible de la haute puissance en masquant le rayonnement de l'arc électrique vers les parois et éviter leur endommagement.
- Fournir un vecteur de transfert thermique efficace (l'émulsion du laitier surchauffé) de la zone d'arc vers les ferrailles non fondues et le bain métallique.

L'injection d'oxygène dans le bain s'accompagne de la décarburation de celui-ci et de sa déphosphoration (grâce à la chaux mise en charge). La température de coulée atteinte (on vise généralement une température de l'ordre de 1670°C), la charge liquide est basculée en poche sous le four.

Le trou de coulée a un dessin spécifique (trou de coulée excentré) visant à minimiser la quantité de laitier du four passant en poche avec le métal (le laitier de four électrique étant riche en phosphore entraîne un risque de déphosphoration en métallurgie secondaire, si son volume passé en poche est trop important). La composition de l'acier liquide en fin d'opération est fonction de la nuance à réaliser. En règle générale, le niveau de carbone visé est compris entre 0.100% à 0.050% [2,3].

#### **I.3.2.4. Station d'affinage et mise à nuance de l'acier**

À la sortie du convertisseur ou du four électrique, l'acier doit encore être modifié pour avoir les qualités requises au niveau du produit final. L'acier dit « sauvage » va être mis à nuance dans la station d'affinage.

L'affinage est l'objet des opérations de métallurgie en poche ou de métallurgie secondaire. Il s'agit principalement d'ajuster la teneur des différents éléments d'alliage et d'optimiser la teneur en impuretés, ainsi que la forme sous laquelle elles sont présente dans l'acier avant solidification.

On peut distinguer :

- Des opérations qui concernent la qualité analytique du métal liquide (teneur en éléments d'alliage et impuretés).
- Des opérations qui permettent le contrôle de la qualité inclusion aère du métal (oxydes, sulfures, inclusions complexes).
- Des opérations qui assurent le réglage de la température de l'acier (réchauffage par énergie électrique ou chimique, refroidissement par ajout de ferrailles) [2,3].

#### **I.3.2.5. Affinage constitué de divers traitements de l'acier**

On dispose d'une grande diversité de traitements faisant appel à des réactions entre les différentes phases en suivant le type de traitement (métal, laitier, gaz), nécessitant des conditions soit oxydantes soit réductrices. Ces opérations ne peuvent pas être réalisées dans un ordre quelconque si l'on veut éviter des contaminations au contact d'un laitier provenant d'une étape antérieure, de l'atmosphère, des réfractaires, des poudres de couverture, etc. Il faut en

particulier éviter le repassage du phosphore depuis le laitier dans le métal, le ré oxydation des éléments réactifs, les reprises d'azote, d'hydrogène ou de carbone.

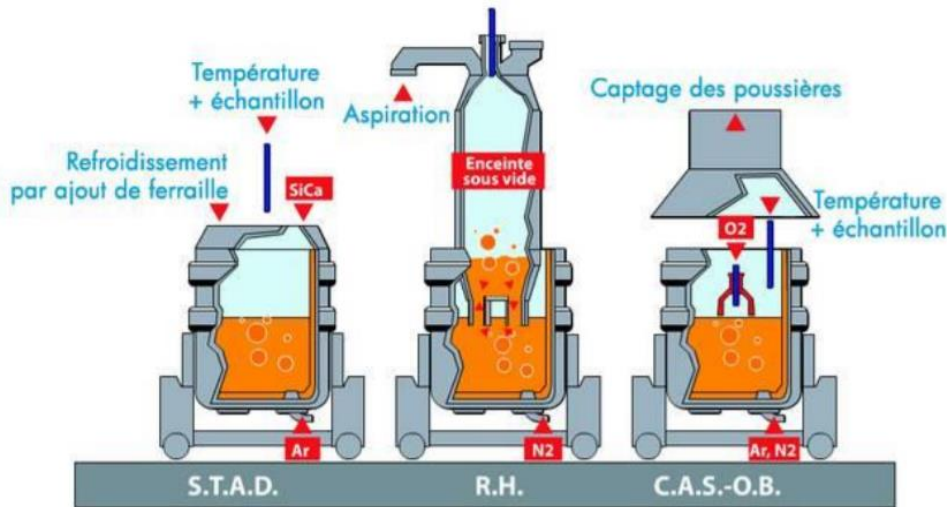


Figure. I.5. Un affinage des aciers [4].

**I.3.2.6. Chauffage en poche de l'acier**

Compte tenu des temps de traitement (de 30 mn pour les opérations les plus simples à plus d'une heure pour les opérations élaborées), de la nécessité de fondre les additions solides de mise à nuance de l'acier, et l'exigence de visée précisément la température de coulée, la métallurgie secondaire s'organise autour d'un stand de chauffage. Il s'agit d'un chauffage par arc triphasé. Pendant le chauffage, pour homogénéiser les températures et assurer un bon échange métal/laitier le bain est brassé [4].

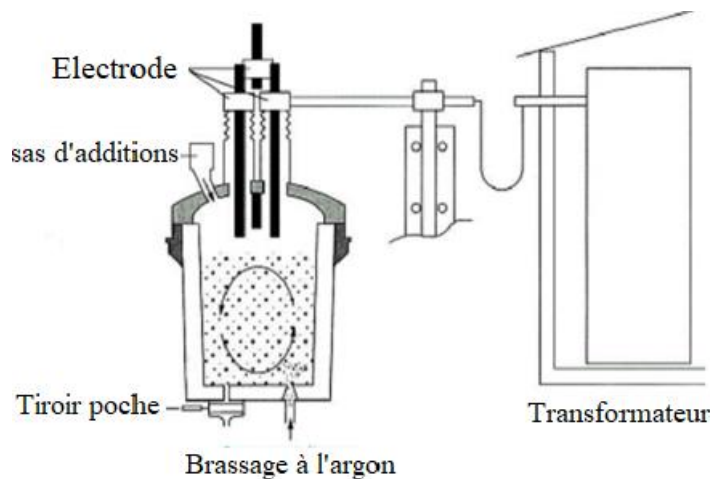


Figure. I.6. Chauffage en poche de l'acier [4].

**I.3.2.7. Dégazage en cuve**

La cuve est placée dans une enceinte reliée à une installation de vide industriel. C'est l'ensemble métal/laitier qui est dégazé ; compte tenu de la turbulence engendrée par le dégazage, les échanges

métal/laitier sont fortement accélérés. Si le laitier est de composition convenable, le dégazage en cuve est un moyen d'obtenir une désulfuration rapide et profonde [4].

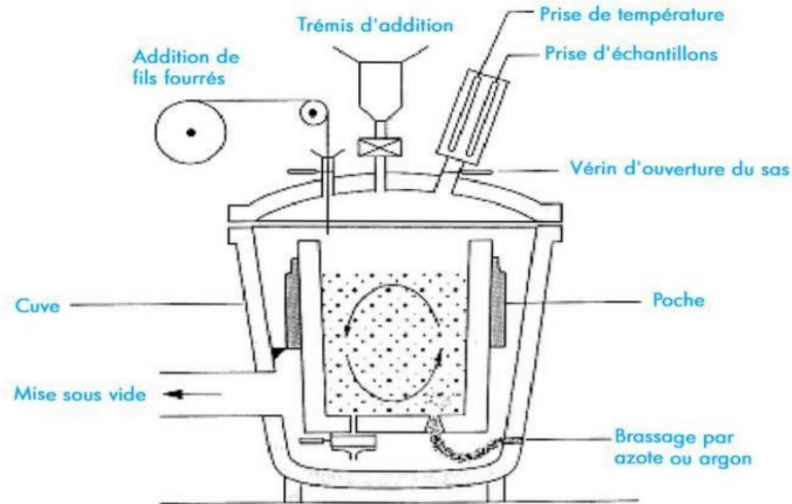


Figure. I.7. Le dégazage en cuve [4].

Un processus court qui consiste à :

### I.3.2.8. Préparer les ferrailles

Tri, calibrage, broyage, etc. D'où viennent ces ferrailles ?

- Du recyclage sélectif de l'acier contenu dans les biens en fin de vie (véhicules, bâtiments...) et les déchets ménagers.
- Des chutes d'acier ou de fonte récupérées chez les sidérurgistes ou les transformateurs.

### I.3.2.9. Fondre la matière première

Des ferrailles de choix et des additions des aciers divers sont fondues dans un four par des arcs électriques puissants qui jaillissent entre des électrodes (3 en général).

### I.3.2.10. Ajustement de la composition chimique de l'acier obtenu de matière première

La matière première a déjà une composition très élaborée, mais il faut le plus souvent modifier celle-ci pour adapter l'acier à sa nouvelle destination. Les opérations se déroulent selon les mêmes modalités que pour les aciers élaborés à l'oxygène.

Il est techniquement possible de charger un convertisseur à 100 % de ferrailles et un four électrique à 100 % de fonte liquide. En pratique, la charge du convertisseur contient habituellement 10 à 20 % de ferrailles et celle du four électrique 100 % de solide. Il existe une troisième filière de production d'acier liquide qui consiste à réduire le minerai de fer au moyen d'un agent de réduction généralement dérivé du gaz naturel. Le produit ainsi obtenu, à haute teneur en fer et faible teneur en carbone, est ensuite utilisé en substitution partielle ou totale de la ferraille au four électrique. Cette filière, quasi inexistante en Europe, s'est développée surtout dans les pays producteurs de pétrole qui disposent d'excédents de gaz naturel [4].

### I.3.3. Transformation de l'acier liquide au produit demi-fines

A la fin de l'opération d'élaboration de l'acier à l'oxygène électrique, celui-ci est recueilli à l'état liquide dans une poche métallique garnie de réfractaires et transporté ainsi jusqu'au lieu de coulée en deux procédés :

- L'un en régression, mais qui reste irremplaçable pour certaines applications : la coulée en lingots.
- L'autre prédominant : la coulée continue.

#### I.3.3.1. Coulée de l'acier en lingots

L'acier est coulé et solidifié dans des moules en fonte : les lingotières. Une fois la solidification terminée, les lingots sont démoulés. Après un réchauffage à 1200 °C, ils sont écrasés dans un gros laminoir pour être transformés en :

- Brames, ébauches de produits plats (slabbing).
- Blooms, futurs produits longs (blooming). Ils peuvent aussi être directement livrés au client, forgeron par exemple.

#### I.3.3.2. Lingots

La masse des lingots est en général entre 3 et 40 tonnes. Mais elle peut descendre, pour certaines pièces, jusqu'à 400 ou 500 kg, ou au contraire monter jusqu'à plusieurs centaines de tonnes (grosses pièces de forge) avec une longueur d'environ 2 mètres [4].

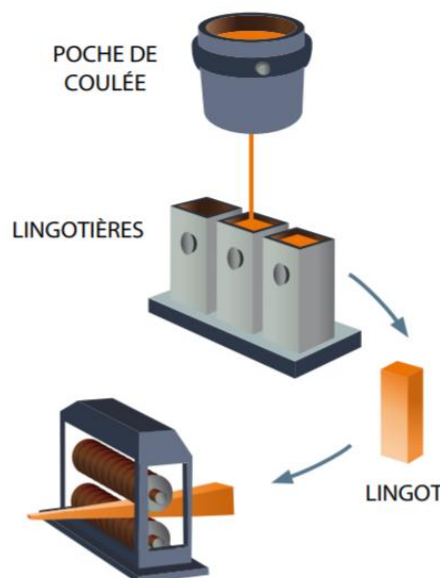


Figure. I.8. Coulée de l'acier en lingots [4].

#### I.3.3.3. Coulée de l'acier en continue

Ce procédé permet d'obtenir directement les demi-produits sans l'étape de laminage, blooming ou slabbing, qui suit la coulée en lingots. La coulée des aciers en continue a supplanté la coulée

classique en lingots en raison des gains de matière et de productivité générés. En 2011, 95 % de l'acier brut produit dans le monde a été coulé en continu [4].

#### I.3.3.4. Principe de coulée continue

L'acier liquide est coulé dans une lingotière en cuivre de section carrée, ronde ou rectangulaire selon le demi-produit fabriqué. Le métal commence à former une peau solide dans la lingotière énergiquement refroidie à l'eau. Tiré vers le bas par un jeu de rouleaux, le produit achève de se solidifier. A la base de l'installation, on extrait une barre solide, qui est découpée en tronçons à la longueur désirée. Les demi-produits sont réchauffés dans des fours avant de passer à l'étape suivante (laminage) [4].

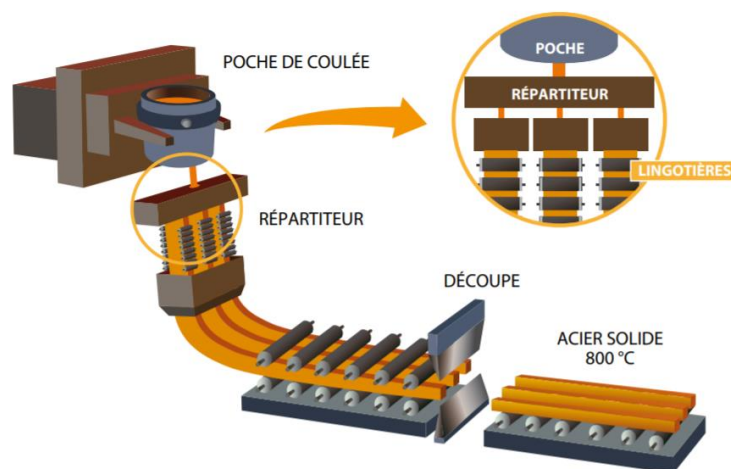


Figure. I.9. Coulée des aciers en continu [4].

Il est tout à fait possible de donner une section quelconque à la lingotière et donc au demi-produit : angles arrondis, octogone et même ébauches de poutrelles aussi appelées « os de chien ».



Figure. I.10. Différentes formes de l'acier [4].

#### I.3.4. Aciers demi-produits aux produits finis

Cette transformation consiste principalement à laminier les demi-produits, c'est-à-dire à étirer et écraser le métal pour lui donner les dimensions et formes souhaitées. Deux grandes familles de produits finis :

##### I.3.4.1. Aciers produits plats

Les plaques, d'épaisseur généralement supérieure à 10 mm. Elles sont utilisées pour la fabrication de biens d'équipement, par exemple navires, plateformes de forage offshore, tubes pour oléoducs,

mâts d'éoliennes. Leur largeur varie habituellement entre 2,5 et 5 mètres ; leur épaisseur courante se situe entre 15 et 25 mm.



**Figure. I.11.** Acier en plaques [4].

Les tôles à chaud, en feuilles ou en bobines d'épaisseur comprise entre 1 et 25 mm. Elles servent surtout à la fabrication de biens d'équipement (chaudronnerie, énergie), mais aussi de biens de consommation comme les jantes de roues ou des parties de châssis d'automobiles, les bouteilles de gaz domestiques, les boules de pétanque...

Les produits plats laminés à froid (épaisseur inférieure à 3 mm), éventuellement revêtus, disponibles sous la forme de feuilles ou de bobines. Ils ont de très nombreuses utilisations, particulièrement pour la fabrication de biens de consommation comme l'automobile, le bâtiment, l'électroménager, les emballages métalliques...



**Figure. I.12.** Acier plat pour laminier à froid [4].

## **I.4. Influence des éléments d'addition sur les aciers**

### **a. Aluminium**

La solubilité de l'aluminium dans le fer est de 35% à 1232°C et de 32% à la température ambiante. Les additions d'aluminium réduisent la région gamma du diagramme d'équilibre, accroissant la phase alpha et formant finalement une région alpha et gamma continue. La plupart des aciers moulés sont désoxydés à l'aide de petites additions (0.5 à 1 kg par tonne), qui changent l'oxyde de

fer en en alumine insoluble, dispersée sous la forme de particules ultramicroscopiques, infusibles et dures, qui sont généralement moins gênantes au cours de la fabrication que les inclusions existant dans les aciers calmés au silicium [5,6].

**b. Carbone**

Les propriétés de l'acier dépendent, de façon fondamentale, de la teneur en carbone. Le fer liquide dissout très facilement le carbone dans des proportions très supérieures aux 2.08% qui marquent la délimitation entre les aciers et les fontes. En quantités allant jusqu'à cette limite de classification, le carbone se dissout dans le fer pour donner de l'austénite, mais la solubilité dans le fer est très faible (de 0.01 à 0.04%). Les additions de carbone introduisent le point A<sub>2</sub> (695°C formation de perlite) élèvent le point A<sub>4</sub> (1400°C) et peuvent abaisser le point A<sub>3</sub> (910°C) jusqu'à 695°C [5,6].

**c. Chrome**

Des additions de chrome améliorent les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion, et cet élément est très employé, en teneur variant de 0.25 à 30%, suivant l'application précise que l'on veut faire [5,6].

**d. Manganèse**

Le manganèse intervient également dans tous les aciers comme désoxydant ; il augmente la trempabilité, permet d'obtenir des aciers à structure austénitique stable. Mais il participe à la formation de carbures et se trouve dans la cémentite, où il remplace une partie du fer [7].

**e. Molybdène**

Les aciers au molybdène ont pris une importance croissante pour la fabrication d'organes de machines. Le molybdène améliore les propriétés de résistance aux chocs des aciers trempés. Les recherches étendues et les résultats constatés font que le molybdène est maintenant le plus largement employé dans les aciers à haute résistance, en vue de leur maintenir une bonne résistance aux chocs et une bonne résistance aux températures élevées [5,6].

**f. Nickel**

Le nickel est le premier de tous les éléments alliés employé à l'échelle industrielle. Il confère aux aciers un ensemble de propriétés remarquables, de sorte qu'il se trouve un emploi étendu pour toutes sortes d'applications, notamment aux teneurs jusqu'à 5% dans les aciers devant subir un traitement thermique ou une cémentation et pour des pièces forgées au pilon. Le plein effet du nickel se produit seulement quand on l'emploie en même temps que d'autres éléments alliés [5,6].

**g. Silicium**

De même que le carbone, l'élément silicium est toujours présent dans les aciers industriels. Il forme facilement des solutions solides avec le fer, aux états delta, gamma ou alpha et aussi avec la cémentite, en diminuant la solubilité de celle-ci. Alors qu'il est surtout présent à l'état de solution

solide dans la ferrite, il y en a une petite proportion sous forme combinée, c'est la silice SiO<sub>2</sub>, formant dans le métal des inclusions non métalliques [5,6].

	Résistance à la traction	Re	Résistance à l'usure	Résistance à la fatigue	Résilience	Dureté à froid	Dureté à chaud	A%
Aluminium					↗			
Carbone	↗		↗		↘	↗		
Chrome	↗	↗	↗		↘	↗		↘
Manganèse	↗	↗	↗			↗		↘
Molybdène	↗	↗					↗	
Nickel	↗	↗	↗		↗			↘
Silicium	↗	↗	↗			↗		
Titane	↗	↗	↗		↘	↗	↗	
Tungstène	↗	↗	↗			↗	↗	
Vanadium	↗	↗		↗	↗	↗		

Tableau I.1. Influence des éléments d'addition dans l'acier [5,6].

### I.5. Diagramme d'équilibre fer-carbone

Les aciers et les fontes sont des alliages fer-carbone dont la teneur en carbone varie de 0 à 2.11% pour les aciers et théoriquement de 2.11% à 6.7% pour les fontes. Si les produits industriels ne sont pas des alliages binaires fer-carbone on y trouve en effet de nombreux autres éléments comme le manganèse, le silicium, le phosphore et le soufre en proportion relativement faible. L'expérience montre que la présence de ces éléments ne modifie que très peu les propriétés fondamentales des alliages fer-carbone et dont l'influence est beaucoup moins forte que celle du carbone. C'est ainsi que l'étude du diagramme binaire fer-carbone sera légitimé puisqu'elle permet de comprendre le comportement et les propriétés des aciers et des fontes dont l'importance technique est primordiale [8].

L'étude dans les conditions d'équilibre des alliages Fe-C, montre qu'ils subissent deux types d'évolution :

- La première produit une phase riche en carbone de formule  $Fe_3C$  appelé carbone de fer ou cémentite. Le diagramme correspondant est dit métastable ou à cémentite [9].

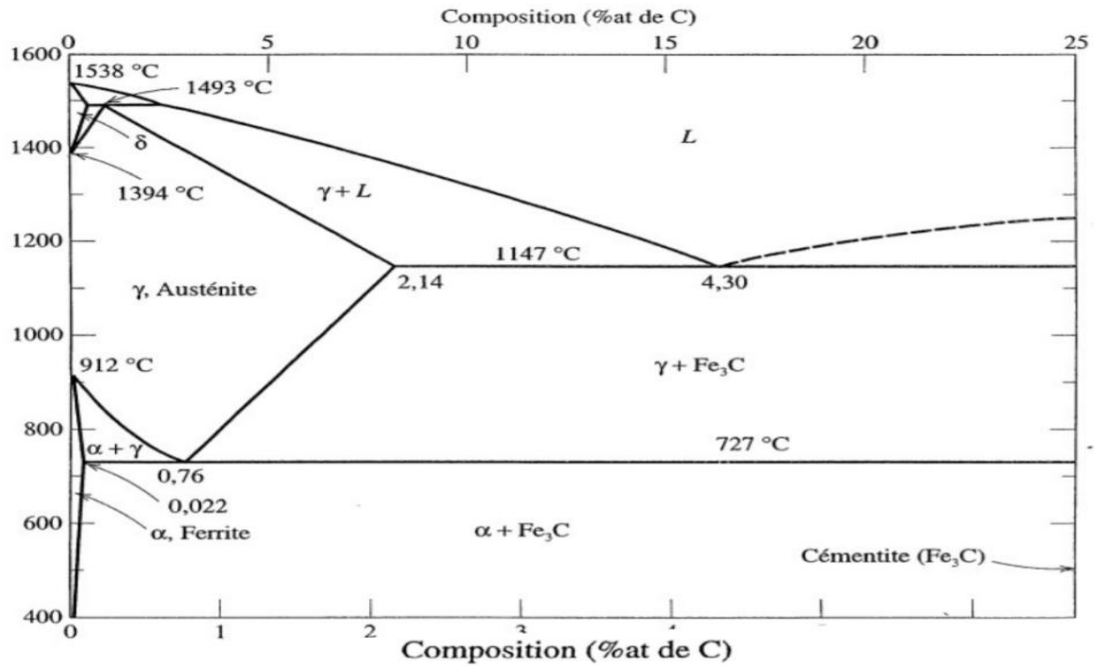


Figure. I.13. Le diagramme métastable de cémentite [11].

- La deuxième forme une phase riche en carbone qui reste à l'état de graphite pur  $C_{gr}$ , qui a une miscibilité nulle avec le fer. Le diagramme correspondant est dit stable ou à graphite. Son obtention exige la décomposition du carbone  $Fe_3C$  en refroidissant avec une vitesse très lente et en ajoutant un catalyseur à grande pouvoir de graphitisation tel que le silicium [10].

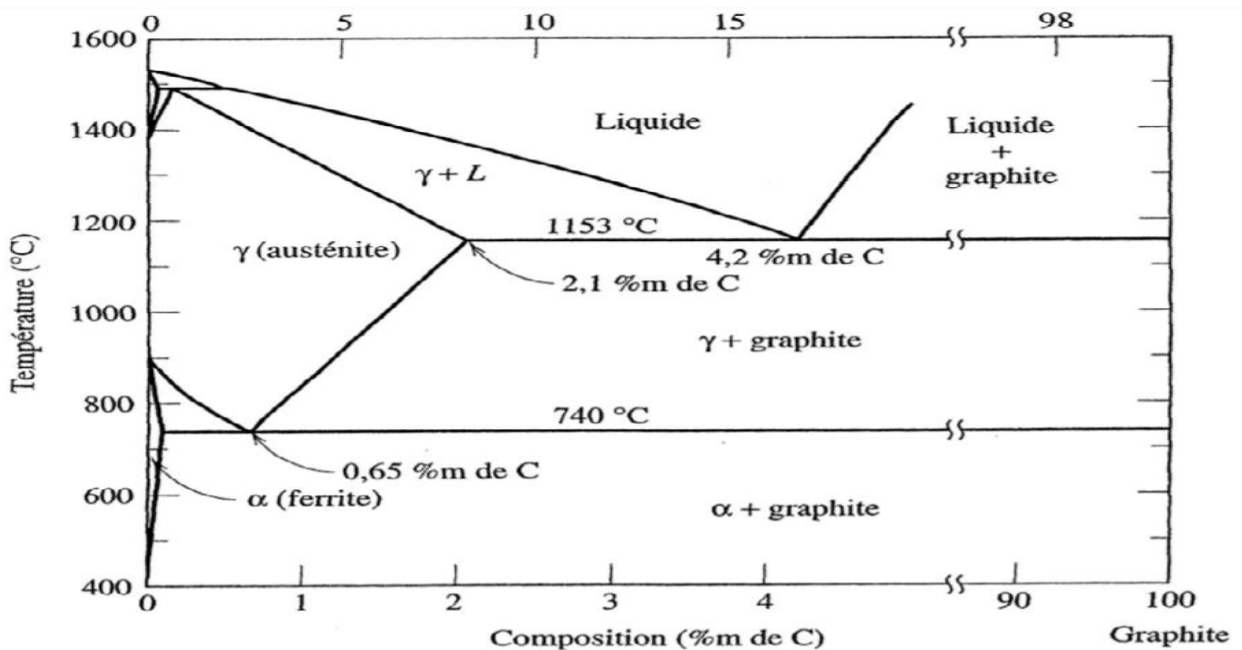


Figure. I.14. Diagramme stable de graphite [11].

## I.6. Différentes phases de l'acier

### I.6.1. Ferrite $\alpha$

Solution solide d'insertion du carbone dans le fer  $\alpha$ , à structure cubique centrée. Elle est relativement tendre ( $HB \approx 80$ ), peu tenace ( $R \approx 300$  MPa), mais très ductile ( $A \approx 35\%$ ) [12].

### I.6.2. Ferrite $\delta$

Solution d'insertion de quelques atomes de carbone dans le fer  $\delta$ . Sa structure est cubique centrée CC. Il se forme à la marge 1394-1538 °C et renferme 0.11% de carbone [12].

### I.6.3. L'austénite $\gamma$

Solution solide d'insertion d'atome de carbone dans le Fer  $\gamma$ , à structure cubique à face centrée, la quantité de carbone atteint  $\approx 2\%C$  à 1145°C. Il est stable qu'à haute température. L'austénite est très ductile [12].

### I.6.4. Cémentite (Carbone de fer $Fe_3C$ )

La cémentite est un composé chimiquement défini CCD. Sa décomposition égale à 6,67% en masse de carbone, en état métastable. La cémentite se présente sous forme de lamelles ou de globules dans la perlite ou d'aiguilles dans les fontes blanche. Elle est très dure et très fragile [12].

### I.6.5. Perlite

Agrégat eutectoïde ayant une structure de lamelles alternées de ferrite et de cémentite. Ce constituant contient 0.8%C, La perlite est dure ( $HB \approx 200$ ), résistante ( $R_m \approx 850$  MPa) et assez ductile ( $A \approx 10$ ) [12].

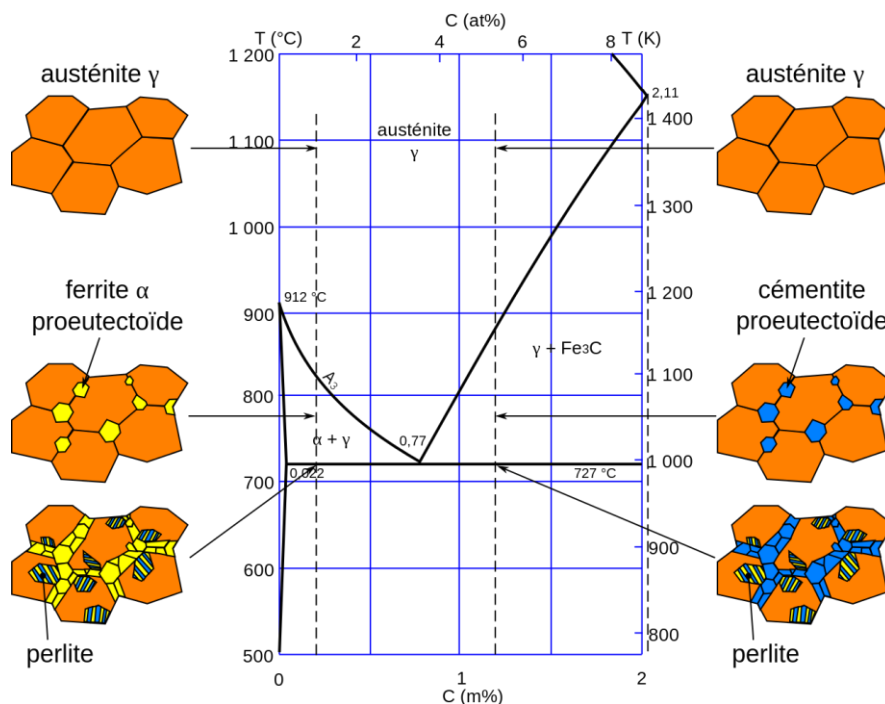


Figure. I.15. Schéma de différentes phases de l'acier [13].

## I.7. Classification des aciers

Les nuances d'acier sont classées en groupe selon leurs propriétés et/ou leur champ d'application privilégié [14].

### I.7.1. Classification par emplois.

La désignation commence par la lettre « S » pour les aciers d'usage général et par la lettre « E » pour les aciers de construction mécanique. Le nombre qui suit indique la valeur minimale de limite élastique en Méga Pascals. Exemples : S235 (acier d'usage général, de limite élastique 235MPa) E320 (acier de construction mécanique, de limite élastique 320MPa) S'il s'agit d'un acier moulé, la désignation est précédée de la lettre « G ». Il est divisé en 15 catégories [14] :

- |                        |                         |
|------------------------|-------------------------|
| ➤ Acier doux           | ➤ Décolletage           |
| ➤ Acier mi-dur         | ➤ Cémentation           |
| ➤ Acier dur            | ➤ Fortes sollicitations |
| ➤ Acier extra - dur    | ➤ Inoxydables           |
| ➤ Ressorts             | ➤ Chocs                 |
| ➤ Trempe dans la masse | ➤ Ecrouissage           |
| ➤ Tempe superficielle  | ➤ Nitruration           |
| ➤ Formage à froid      |                         |

### I.7.2. Classification par composition chimique

De sorte que nous distinguons deux types :

#### I.7.2.1. Aciers non alliés

Ils contiennent une faible teneur en carbone. Ils sont très utilisés en construction mécanique. La majorité est disponible sous forme de laminés marchands (profilés, poutrelles, barres, ...) aux dimensions normalisées. Utilisation : ce sont des aciers dont l'élaboration n'a pas été conduite en vue d'une application déterminée. Désignation : la lettre « C » suivie du pourcentage de carbone multiplié par 100. Exemple : C 35 (acier avec 0.35% de carbone) [15].

#### I.7.2.2. Aciers faiblement alliés

Pour ces aciers, aucun élément d'addition ne dépasse 5% en masse. Utilisation : ils sont choisis lorsque l'on a besoin d'une haute résistance. Désignation : un nombre égal à 100 fois la teneur en carbone,

- Les symboles chimiques des éléments d'addition dans l'ordre des teneurs décroissantes,
- Les teneurs des principaux éléments d'addition multipliés par 4, 10, 100 ou 1000 éventuellement, des indications supplémentaires concernant la soudabilité (S), l'aptitude au moulage (M), ou à la déformation à froid (DF).

Exemple : 35 Cr Mo 4S (acier avec 0.35% de Carbone, 1% de chrome, moins de 1% de Molybdène. Cet acier est soudable) [14].

### **I.7.3. Aciers fortement alliés**

Les aciers fortement alliés possèdent au moins un élément d'addition dont la teneur dépasse 5% en masse. Utilisation : ces aciers sont réservés à des usages particuliers. Par exemple, dans un milieu humide, on utilisera un acier inoxydable qui est un acier fortement allié avec du chrome (% chrome > 11%).

Désignation :

- La lettre « X ».
- Un nombre égal à 100 fois la teneur en carbone.
- Les symboles chimiques des éléments d'addition dans l'ordre des teneurs décroissantes.
- Dans le même ordre, les teneurs des principaux éléments.

Exemple :

X6 Cr Ni Mo Ti 17-12 (acier fortement allié avec 0.06% de Carbone, 17% de Chrome, 12% de Nickel, du Molybdène et du Titane (moins de 12%)) X4 Cr Mo S 18 (acier fortement allié avec 0.04% de Carbone, 18% de Chrome, du Molybdène et du Soufre (moins de 18%)) [15].

### **I.8. Propriétés des aciers**

L'évaluation des possibilités d'utilisation des divers aciers dans les états variables auxquels ils peuvent être amenés par des traitements se fait en déterminant un certain nombre de grandeurs relatives aux diverses propriétés du métal. Les plus courantes, sinon les plus importantes, se rattachent, d'une part, à la ténacité de l'acier, c'est-à-dire à la résistance opposée aux déformations, d'autre part, à la ductilité, c'est-à-dire à la capacité de se déformer sans se rompre, ces deux qualités étant dans une certaine dépendance.

Parmi les grandeurs les plus couramment déterminées, nous citerons d'abord la dureté, qui s'exprime comme une résistance à l'enfoncement. On mesure la profondeur de pénétration d'une bille, d'un cône ou d'une pyramide appliquée sur l'acier avec une force déterminée. La bille est en acier dur ou en carbure de tungstène (essai Brinell). Le cône (essai Rockwell) ou la pyramide (essai Vickers) sont en diamant. La force appliquée a plusieurs valeurs possibles, et il existe naturellement autant d'échelles de dureté que de valeurs de la charge, les duretés de métaux différents ne pouvant être comparées que si elles sont déterminées suivant la même méthode et avec la même charge. Des tables de correspondance approximative entre les échelles ont été établies. Bien qu'elles mettent en jeu des propriétés différentes du métal – résistance à la déformation, d'une part, capacité de durcissement par déformation (écrouissage), d'autre part, les mesures de dureté sont très largement

pratiquées, en raison de leur simplicité et du fait qu'elles n'entraînent pas de destruction de métal [16].

D'autres grandeurs très fréquemment utilisées sont celles que l'on obtient grâce à l'essai de traction. Cet essai consiste à soumettre une éprouvette d'acier à une charge croissant jusqu'à provoquer la rupture. On détermine ainsi une limite élastique, qui est la charge maximale que peut subir le métal sans subir une déformation permanente, et une charge de rupture, qui est la charge maximale que peut supporter l'éprouvette sans se rompre. Ces charges sont rapportées à la section initiale de l'éprouvette et exprimées en méga pascal (symbole : MPa ; 1 MPa = 10 bars). Dans l'essai de traction, on mesure aussi l'allongement de l'éprouvette au moment de la rupture, et la striction, qui est le rapport entre la section de l'éprouvette au niveau de la rupture et sa section initiale. La limite élastique et la charge de rupture expriment la ténacité de l'acier, tandis que l'allongement et la striction sont des mesures de la ductilité.

Ces grandeurs peuvent très largement varier. Si l'acier doux, le plus répandu, a une charge de rupture de l'ordre de 350 MPa, il est très courant d'utiliser des aciers ayant des résistances à la rupture allant jusqu'à 1500 MPa et au-delà. Pour des emplois spéciaux, on sait maintenant fabriquer des aciers dont la résistance dépasse 3000 MPa. Les mêmes variations s'observent pour les caractéristiques de ductilité. Des aciers très résistants peuvent se rompre avec des allongements de 1 ou 2 %, tandis qu'il n'est pas rare de trouver des aciers spéciaux ne se rompant qu'après des allongements de 50 à 60 %. La striction subit des variations encore plus grandes.

On dispose ainsi, pour caractériser les aciers et pour calculer les conditions de leur utilisation, de grandeurs reflétant bien une partie notable de leurs propriétés. Ces grandeurs sont d'ailleurs souvent combinées dans les « indices de qualité ». Un indice utilisé pour les aciers au carbone réunit la charge de rupture  $R$  et l'allongement  $A$  dans la formule  $N = R + 2,5 A$ . Comme, pour un acier donné, l'allongement diminue lorsque la résistance augmente, on a ainsi un indice assez caractéristique d'un acier, quel que soit, entre certaines limites, l'état dans lequel il se trouve.

Une autre grandeur, caractérisant la ductilité de l'acier et, plus particulièrement, sa résistance aux chocs, est la résilience, qui exprime le travail nécessaire pour rompre, par flexion sous l'effet d'un choc, une éprouvette portant une entaille de forme et de profondeur déterminées. Le travail nécessaire pour la rupture est exprimé en joules par centimètre carré de section. Si la résilience n'est pas une grandeur pouvant, comme la charge de rupture et la limite élastique, être introduite dans les calculs, elle n'en constitue pas moins une excellente caractéristique d'évalue [17].

### **I.9. Aciers pour nitruration**

Le traitement de nitruration est usuellement pratiqué sur des aciers trempés et revenu. La température de revenu est supérieure à celle de la nitruration pour éviter des déformations à cœur en

cours de traitement. Afin d'obtenir une ténacité convenable à cœur, la teneur en carbone est comprise entre 0,3 et 0,4%. Une addition de molybdène est nécessaire afin d'éviter une éventuelle fragilisation lors du maintien à 500°C. On peut aussi appliquer le traitement de nitruration aux aciers à outils, aciers inoxydables austénitiques et aciers margine. Le traitement peut comprendre plusieurs paliers isothermes. La nitruration n'a d'intérêt que pour des aciers alliés contenant des éléments tels que Cr, Mo, V, Al [18].

### **I.10. Défauts des aciers**

Le manque d'homogénéité de l'acier se traduit par certains défauts caractéristiques : les uns sont naturels, dépendants du métal lui-même ou bien de la coulée même surveillée, les autres sont accidentel et se produisent lorsque certaines précautions ne sont pas observées lors des traitements mécaniques ou thermiques [19].

#### **I.10.1. Soufflure**

C'est une poche accidentelle gonflée de gaz qui est située la plupart du temps dans le coure et dans le voisinage de la peau du lingot. Quand le métal est coulé trop froid, il se fige progressivement sur les parois et enveloppe une partie des gaz qui, en principe, auraient dû se dissiper à l'extérieur en circulant dans la masse. Au contraire, quand l'acier est coulé trop chaud, il contient une fraction plus importante de gaz occlus, la croute extérieure du lingot s'effectue avant que la partie axiale soit suffisamment refroidie pour permettre l'évacuation des gaz qui se seraient dégagés à la température normale [20].

#### **I.10.2. Pailles**

Un pailler est une soufflure que l'opération de laminage a aplatie et étirée. Elle est apparente sur les surfaces polies sous forme d'un trait noir, dans la direction du laminage. Ce trait défectueux devient plus vif sous l'action du passage et frottement de la toile émeri, sa disparition a lieu sou l'effet de la lime ou de la meule [21].

#### **I.10.3. Repli de l'acier**

Généralement, c'est un défaut soit de forgeage ou d'emboutissage, qui se présente sur les surfaces polies, par un trait ayant sensiblement le même aspect que la paille, mais bien souvent très étendu. Ces plis sont si apparents que le rebut de la pièce s'impose immédiatement [21].

#### **I.10.4. Crique**

C'est une déchirure superficielle longitudinale ou transversale ; elle provient d'ordinaire des difficultés du retrait qu'éprouve l'acier pendant le temps de sa solidification surtout dans la région des angles, même arrondis. La crique provient aussi d'une rupture du métal par suite d'une déformation, torsion ou flexion dépassant la limite d'élasticité lors des redressements continus et successifs d'une barre d'acier, d'une bielle [22].

**I.10.5. Tapure**

C'est un décollement intérieur, un défaut vraiment gênant diminuant la sécurité, car la tapure constitue une solution de continuité qui est susceptible de se développer, même sous l'influence de faibles efforts [21].

**I.10.6. Retassure**

Elle est produite par l'évacuation des gaz et le retrait du métal dans le haut du lingot en refroidissement ; c'est un entonnoir de retassement (moyens préventifs : emploi courant d'une masselotte coiffant la tèle du lingot, compression préalable, etc....) [21].

**I.10.7. Gouttes froides**

Les gouttes froides sont produites pendant la coulée. L'acier de la poche de coulée par la manœuvre de la quenouille, tombe d'une certaine hauteur dans l'intérieur de la lingotière, rejaillit vers les parois en gouttelettes qui s'oxydent à leur périphérie, s'incorpore ainsi dans la masse de métal en fusion. Ces noyaux oxydés ne se soudent pas au restant de l'acier, mais forment des globules avoisinant la surface extérieure, ce qui donne des grains durs parsemés irrégulièrement [23].

**I.11. Domaine d'application des aciers**

L'acier présent un peu partout dans notre quotidien, de la boîte de conserve à la toiture d'une usine, l'acier est un matériau aujourd'hui incontournable. Riche de nombreux atouts comme son faible coût et ses propriétés environnementales, il peut être utilisé sous différentes formes et dans des domaines différents les uns des autres [24].

**I.11.1. Acier dans le secteur de l'automobile**

Le secteur automobile est le second marché, derrière le bâtiment, pour l'emploi de l'acier sous toutes ses formes. En effet, on retrouve le matériau phare dans la carrosserie, le moteur, la direction, le châssis, ou encore dans la carcasse du pneu. Les statistiques dévoilent que l'acier représente plus de la moitié du poids d'une voiture finie [25].

**I.11.2. Secteur du B.T.P., premier utilisateur d'acier**

Le bâtiment et travaux publics est plus communément appelé par son abréviation BTP.

Le monde du bâtiment est à l'heure actuelle le premier domaine dans lequel on utilise l'acier. Ce dernier est présent à tous les stades, que ce soit pour les tuyaux de transport d'eau et de gaz, la consolidation du béton, ou encore le squelette de bâtiments tels que les musées, les écoles, les usines, les maisons...

Difficile de passer à côté de l'acier dans le B.T.P., il s'agit de l'élément incontournable en raison de sa solidité et de sa grande malléabilité [25].

### I.11.3. Acier dans la vie quotidienne

Sans le savoir, vous êtes confronté à l'acier dans toute votre vie quotidienne. L'inox par exemple, acier allié au nickel et au chrome, est très utilisé pour les couverts ou les casseroles. Les boîtes de conserve, les tubes de rouge à lèvres, les pots de peinture ou encore les aérosols sont quant à eux fabriqués à partir de feuilles d'acier [26].



Figure. I.20. Utilisation de l'acier dans la vie quotidien [26].

### I.11.4. Acier pour soigner

Le domaine médical apprécie lui aussi les propriétés de l'acier, notamment sous forme inox. Neutre par rapport au tissu humain, ce dernier est ainsi utilisé pour les prothèses, les aiguilles, ou encore les bistouris servant à opérer [26].

### I.11.5. Mécanique et technologie

Automobile : l'acier représente de 55 à 70 % du poids d'une voiture.

- Aviation
- Machines agricoles
- Machines industrielles
- Composants électroniques
- Prothèses médicales [27].

### I.11.6. Acier pour la mécanique

- L'acier antidérapant est l'un des aciers le plus solide. Découpées sur mesure aux bonnes dimensions et avec une épaisseur adaptée, les plaques d'acier peuvent servir pour des plaques de roulement par exemple.
- L'acier décapé et graissé pour réaliser un porte-moto destiné à être monté sur des voitures, l'acier permet de réaliser énormément de choses [27].

**I.12. Conclusion**

Ce chapitre présente brièvement les notions fondamentales de fabrication des aciers ainsi que leurs caractéristiques et leur comportement mécanique de plus souligner leurs importances dans l'industrie mécanique d'une manière précise.

Par la suite nous avons mentionné certains défauts caractéristiques suite au manque d'homogénéité à l'instar des pailles, les retassures...etc. Finalement le choix de l'acier dépend essentiellement des propriétés mécaniques souhaitées et le domaine d'application.

**Référence**

- [1] T. Paul. Craddock, EarlyMetalMining and Production, Edingburgh, Prentice Hall & IBD, 1995, 383 p. (ISBN 9781560985358), p. 258-259.
- [2] La Fédération Française de l'Acier. Edition juillet 2012.
- [3] S. Abderrahmane, R. Mostapha. Etude de traitements thermochimiques Des aciers. Université Mohamed Boudiaf - m'sila.
- [4] Construire acier, association d'idées pour l'architecture.
- [5] K. Karim. B.Abdelwahd.Influence du procédé de cémentation sur la morphologie et la nature des couches cémentées. Université ABBES LAGHROUR Khenchela.
- [6] Matériaux métalliques - 2e éd (Français) Broché –22 septembre 2017.
- [7] M. Kenza. Microstructure et caractérisation d'un acier bs2 .université mouhamed khider de biskra .p :18.
- [8] A. Arfaoui. Chaker Med Amir Année 2009/2010 Page 45.
- [9] J. Barralis, L.Castex, J.C.Chaize. Influence des conditions de traitement sur la distribution de phases et des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées-Mémoires et Etudes
- [10] D. Bernache-Assollant et Jean-Pierre Bonnet : Frittage : Aspects physico chimique : partie 1 : Frittage en phase solide. AF6620. Techniques de l'ingénieur.
- [11] C. Chaussin et G. Hilly « Technologie et métallurgie C/T/Science et génie des matériaux », Ed. Dunod, Paris 1974.
- [12] L. Barrallier. Genèse des contraintes résiduelles de nitruration. Etude expérimentale et simulation-Thèse ENSAMAix-en-Provence, (1992).
- [13] G. Regheere. Les fontes dans le diagramme fer carbone Publié le 17 février 2020.
- [14] <https://Construction-Maison.Ooreka.Fr/Astuce/Voir/617171/Aciers-De-Construction>
- [15] Technique de l'ingénieur M 1145.
- [16] E. O rowan. Discussion in the symposium on inters master's sees in metals andalloys.- Volume3,(1948).
- [17] P. Guyot.Hardeningbyorderedcoherentprecipitatesrelatedtothestatisticaltheory-Phil.Mag., vol.24, pages 987-993,(1971).
- [18] Dr. Gilles Olive, "Chimie des matériaux" 3eme Edition (2005), P (47,48).
- [19] D. STEFANESCU casting, volume 15 in ASM Hand book, Edition, American Society for Metals, USA, 1988.
- [20] [Http://Www.Piles.Setra.DeveloppementDurable.Gouv.Fr/Img/Pdf/Fascicule\\_4\\_1962\\_11\\_25\\_Circulaire\\_84\\_Cle13fa4b.Pdf](Http://Www.Piles.Setra.DeveloppementDurable.Gouv.Fr/Img/Pdf/Fascicule_4_1962_11_25_Circulaire_84_Cle13fa4b.Pdf).

[21] <https://www.mattechjournal.org/articles/mattech/abs/1955/12/mattech19553812p323/mattech19553812p323.html>

[22] [Couteaux.free.fr/acier\\_technique/acier.html#defauts](http://Couteaux.free.fr/acier_technique/acier.html#defauts).

[23] Prat. Ind. Méc. Louis Gasquel, Volume 38, Number 12, Décembre 1955, Page(s): 323 - 323.

[24] Technique De L'ingénieure, M1002.

[25] J .Morel, Calcul Des Structures Métalliques Selon L'eurocode3, 2002.

[26] O. Taâmallah ; Effet Des Traitements Mécaniques De Surface (Tms) Sur L'écrouissage Et La Ténacité D'un Acier, Mémoire De Master, L'université De Badji Mokhtar, 2007.

[27] J. Paul Bailon, J. Marie Dorlot." Des Matériaux", 3eme Edition 2000-2001.

# Chapitre II

Notions fondamentales des  
traitements  
thermochimiques par  
nitration

---

# Sommaire

II.1. Introduction.....	25
II.2. But de la nitruration .....	25
II.3. Procédé de nitruration .....	25
II.4. Principe de nitruration.....	26
II.5. Différents types de nitruration .....	27
II.5.1. Nitruration en bain de sel.....	28
II.5.1.1. Avantages de la nitruration en bain de sel .....	28
II.5.1.2. Domaine d'applications de la nitruration en bain de sel .....	28
II.5.2. Nitruration gazeuse .....	29
II.5.2.1. Domaines d'application de la nitruration gazeuse .....	29
II.5.2.2. Avantages de la nitruration gazeuse .....	29
II.5.3. Nitruration ionique (plasma).....	30
II.5.3.1. Domaine d'Applications de la nitruration ionique .....	31
II.5.3.2. Avantages de nitruration ionique .....	31
II.6. Nature de la source de l'azote.....	32
II.7. Diffusion de l'azote dans les aciers et formation de précipités .....	32
II.7.1. Précipitation .....	32
II.8. Microstructure d'une surface nitrurée .....	33
II.8.1. Couche de combinaison ou couche blanche .....	33
II.8.2. Couche de diffusion.....	34
II.9. Propriétés de couches de nitrures de fer.....	34
II.10. Mécanismes de formation des couches nitrurées .....	34
II.11. Diagramme binaire fer-azote .....	37
II.12. Avantage de nitruration .....	38
II.13. Conclusion .....	39
Référence .....	40

## Liste des figures

Figure.II.1. Four de nitruration.....	27
Figure.II.2. Four de nitruration en bain de sel.....	28
Figure II.3. Four de nitruration gazeuse. ....	29
Figure II.4. Pièce nitrurée par plasma.....	30
Figure II.5. Four de nitruration plasma.....	31
Figure.II.6. Observation optique de la couche de combinaison (blanche) del'acier 23MCD5 nitruré après attaque chimique .....	33
Figure.II.7. Observation optique de la couche de diffusion de l'acier 23MCD5 nitruré après attaque chimique.....	34
Figure.II.8. Structure du nitrure de fer $\gamma_0$ -Fe <sub>4</sub> N <sub>1-x</sub> .....	35
Figure.II.9. Structure du nitrure de fer $\epsilon$ (Fe <sub>2-3</sub> N).....	36
Figure II.10. Diagramme binaire fer-azote .....	37

## **Liste des tableaux**

Tableau II.1. Données thermodynamiques et cristallines de quelques nitrures .....	36
Tableau II.2. Caractéristiques cristallographiques des phases du système fer-azote. ....	38

### II.1. Introduction

La nitruration est un traitement thermochimique où l'azote diffuse dans un substrat ferreux. Il peut être réalisé par un nombre de méthodes : (nitruration gazeuse, en bain de sel, ou par implantation d'ions). Bien que la nitruration gazeuse soit maîtrisée depuis le début du 20<sup>ème</sup> siècle, son inconvénient majeur est le temps prolongé requis pour la formation d'une couche nitrurée convenable. En outre, toutes les méthodes citées précédemment requièrent un équipement sophistiqué et un personnel qualifié. Durant le traitement de nitruration, une couche de combinaison et une zone de diffusion se développent à la surface de la pièce traitée. La couche de combinaison confère à la surface une bonne résistance à l'usure et la corrosion, tandis que la zone de diffusion améliore sa résistance à la fatigue [1].

### II.2. But de la nitruration

La nitruration est un traitement thermochimique de durcissement superficiel des aciers utilisée pour améliorer les propriétés superficielles. 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].

### II.3. Procédé de nitruration

La nitruration est un procédé thermochimique qui consiste à faire diffuser des atomes d'azote en surface d'un acier. Elle se pratique pour des températures comprises entre 450°C et 590°C et des temps pouvant atteindre plus d'une centaine d'heures. Le traitement se termine par un refroidissement lent afin d'éviter les chocs thermiques générant des fissurations ainsi que de fortes distorsions. Il est à noter que la température de traitement est choisie principalement pour les raisons suivantes :

- Suffisamment importante afin d'obtenir une dissociation satisfaisante de la molécule d'ammoniac.
- Inversement, suffisamment faible pour limiter la recombinaison des atomes d'azote sous forme de molécules de di azote N<sub>2</sub> inertes.
- Inférieure à la température de revenu afin de limiter les modifications microstructurales, et donc conserver les propriétés souhaitées du matériau de base, notamment une bonne ténacité.
- Inférieure à la température d'austénitisation afin de rester dans le domaine ferrito-martensitique.

Les pièces sont introduites dans un four pourvu d'une atmosphère nitrurante riche en ammoniac. L'azote atomique est obtenu par craquage catalytique de la molécule d'ammoniac à la surface de la pièce dont la réaction globale s'écrit :



Les paramètres du procédé, comme tout traitement thermochimique sont :

- Le temps de traitement  $t_N$ .
- La température de traitement  $T_N$ , qui influe sur les phénomènes de diffusion et les équilibres thermodynamiques.

Le taux de dissociation  $\tau_n$  de l'atmosphère, défini comme la fraction de  $\text{NH}_3$  dissociée et recombinée en molécules  $\text{N}_2$  et  $\text{H}_2$  : plus il sera faible, plus le pouvoir nitrurant.

$$K_n = P_{\text{NH}_3} / P_{\text{H}_2}^{\frac{3}{2}} \quad (2)$$

Sera élevé. Ce paramètre est essentiel afin de contrôler l'activité de l'azote lors du traitement et donc réguler l'épaisseur et la composition de la couche nitrurée superficielle dite de combinaison. Pour ce faire, le renouvellement de l'atmosphère en ammoniac est ajusté en continu. La régulation de l'atmosphère est également possible par ajout d'ammoniac craqué ( $\text{H}_2$ ,  $\text{N}_2$ ) ou de di azote ( $\text{N}_2$ ) [3, 4].

La profondeur de la couche nitrurée est un paramètre très utilisé industriellement pour caractériser l'efficacité du traitement de nitruration (étendue de la couche nitrurée). Elle est définie comme la profondeur pour laquelle la différence de dureté Vickers avec le matériau à cœur est de 100 HV [5]. Une alternative consiste à contrôler le procédé de nitruration par le Potentiel Nitrurant  $K_N$ . Le Potentiel Nitrurant peut être défini comme :

$$K_n = \frac{P_{\text{NH}_3}}{P_{\text{H}_2}^{\frac{3}{2}}} \quad (3)$$

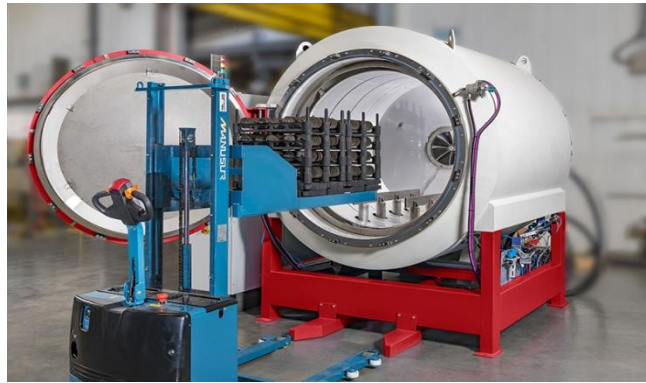
### II.4. Principe de nitruration

La nitruration est une opération chimique qui consiste à faire absorber l'azote par des pièces en acier, à des températures comprises entre 450 et 620°C et en présence d'une source riche d'azote. L'azote peut durcir l'acier :

Par effet de solution solide interstitielle. Il forme alors ce que l'on appelle une couche de diffusion dans laquelle, en présence d'éléments d'alliage convenables (Al, Cr, Mo, V...), il est susceptible de précipiter finement sous forme de nitrures, voire de carbonitrures, précipitation qui apporte alors un durcissement complémentaire ; en s'alliant avec le fer, il peut former, à l'extrême peau, une couche de combinaison constituée de nitrures ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) et/ou cette couche mince ( $< 30 \mu\text{m}$ ), qui peut être

monophasée ou biphasée, possède une dureté élevée ; elle est suivie en profondeur d'une couche de diffusion.

Le domaine de température dans lequel est généralement exécutée la nitruration conduit souvent à réaliser ce traitement sur des aciers préalablement trempés et revenus, dans la mesure où celui-ci est exécuté à une température supérieure à la température de nitruration (dans certains cas, le traitement de nitruration peut aussi assurer le revenu)[6].



**Figure.II.1.** Four de nitruration [6].

### **II.5. Différents types de nitruration**

Les différents processus de nitruration peuvent être principalement différenciés selon leur source de nitrogène et alimentation en énergie. La nitruration par bain de sel, par gaz et par bombardement ionique comporte différents avantages en matière de coût d'investissement, de temps de processus, d'environnement, de sécurité et de qualité. Les propriétés de la surface nitrurée ou nitrocarburrée obtenue ne dépendent pas, dans de nombreux cas, du processus de production. La profondeur de nitruration requise est déterminée par l'application du composant nitruré et peut être ajustée au moyen de la température et du temps de nitruration. Dans ce qui suit, les différents processus de nitruration sont brièvement décrits et l'application des pièces nitrurées est mentionnée. Le traitement de nitruration permet d'obtenir des microstructures stables pour des températures bien supérieures (jusqu'à 450°C-620°C) avoisinant la température de traitement. Ce traitement permet également de réduire les reprises d'usinage ( finition, super- finition) absolument nécessaires pour les pièces fortement sollicitées superficiellement (engrenages, pistes intégrées de roulement, ...), l'absence d'opération de trempe réduisant les déformations des pièces. On distingue trois types de nitruration suivant l'état du milieu nitreux : nitruration en bain de sel (liquide), nitruration gazeuse, nitruration ionique (plasma) [2].

### II.5.1. Nitruration en bain de sel

On utilise un bain de sels à base de cyanure  $CN^-$  dont il est considérablement limité car il est classé dangereux ((60%  $NACN$  et 40%  $KCN$ )). Cependant les conditions environnementales et de sécurité tendent à faire disparaître ce procédé. On a une réaction du type [7].



**Figure.II.2.** Four de nitruration en bain de sel [7].

#### II.5.1.1. Avantages de la nitruration en bain de sel

L'objectif principal du traitement de nitruration en bain de sel est d'améliorer les caractéristiques de résistance au frottement des composants. La couche de combinaison présente une amélioration significative de la résistance à l'usure adhésive. Avec l'introduction d'azote dans la zone diffusée, les propriétés de fatigue sont améliorées. Un avantage supplémentaire de ce processus est la déformation minimale due au cycle court en phase ferritique [8].

#### II.5.1.2. Domaine d'applications de la nitruration en bain de sel

La nitruration en bain de sel est appliquée à un vaste éventail de composants d'ingénierie, tel que les engrenages destinés à l'industrie textile, les entretoises de culbuteurs, les blocs-cylindres, les pompes et gicleurs qui sont traités pour leurs propriétés de résistance à l'usure. Les vilebrequins et les arbres de transmission sont traités afin d'améliorer leurs propriétés de résistance à la fatigue [9,10].

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

Présentation des applications à succès :

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

### II.5.2. Nitruration gazeuse

La nitruration gazeuse fait partie des procédés de diffusion thermochimique. A des températures de traitement de 480 à 580 °C, la surface est soumise à un traitement thermochimique en présence d'azote et éventuellement de carbone. Grâce aux derniers développements des techniques de nitruration gazeuse contrôlées et de régulation en continu du quotient de nitruration, il est possible de superviser l'ensemble du traitement et de moduler de manière ciblée la constitution et la composition de la couche de combinaison et de diffusion ainsi que la dureté [7].

Ce type de nitruration se déroule généralement dans un four de type cloche ou puits équipé d'un système de convection forcée de l'atmosphère. Le principe de base est d'amener du gaz ammoniac dans un four doté d'un système de brassage de l'atmosphère et d'une régulation de température. Ce traitement de nitruration peut être considéré d'une façon globale comme un transfert des atomes d'azote du gaz ammoniac dans le matériau. Cette réaction peut s'écrire de la façon suivante :



Pour des températures voisines de 600 °C, un traitement de 10 heures avec de l'azote permet d'obtenir des couches de combinaison d'épaisseur pouvant atteindre les 20 microns et pour certaines conditions la couche de diffusion peut dépasser les 150 microns [11].

#### II.5.2.1. Domaines d'application de la nitruration gazeuse

Axe de piston, soupape, vilebrequins, arbre de machine outil, arbre de pompe à eau, pignonneries de boîte à vitesse.



Figure II.3. Four de nitruration gazeuse [11].

#### II.5.2.2. Avantages de la nitruration gazeuse

Préférée pour les composants qui sont soumis à des charges lourdes, la nitruration permet d'obtenir une dureté élevée de la surface favorisant une haute résistance à l'usure, au frottement, à l'abrasion et au grippage. La résistance à la fatigue est augmentée principalement par le développement des contraintes compressives de surface. La vaste plage de températures possibles et les profondeurs de couche nitrurée permettent à la nitruration gazeuse d'être

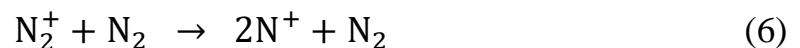
utilisée pour un large champ d'application grâce à son ajustement des différentes propriétés des pièces traitées [12].

### II.5.3. Nitruration ionique (plasma)

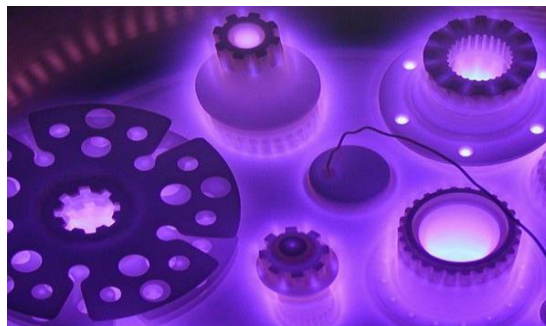
Lorsqu'une différence de potentiel est imposée entre une anode et une cathode dans une atmosphère gazeuse sous faible pression, il se produit des collisions ionisantes électron-molécule et, au-delà d'un certain potentiel (potentiel disruptif), un régime de décharge luminescente s'établit avec production d'espèces ionisées au voisinage de la cathode. Les conditions d'établissement de cette décharge dépendent, entre autres facteurs, de la nature des gaz et de la pression dans l'enceinte. Pour les traitements thermiques par voie ionique, on utilise la zone dite de « décharge anormale ». Le plasma est constitué d'espèces (ions, neutres excités... dérivés du ou des gaz introduits), il constitue un milieu actif fortement agité et doté d'une énergie importante qui a pour effet de :

- Créer à la surface des pièces, par circulation du plasma, un effet thermique par dissipation de l'énergie cinétique des ions en énergie thermique lors de leur collision à la surface des pièces ; selon l'énergie employée pour produire le plasma (puissance dissipée au générateur), celui-ci sera plus ou moins chaud et pourra suffire à obtenir une température convenable pour le traitement à effectuer.
- Décaper par pulvérisation cathodique en arrachant, grâce à l'énergie cinétique des ions, des atomes superficiels du métal ; l'effet de ce décapage est de provoquer un nettoyage des surfaces les amenant à un état physiquement propre, notamment en éliminant la couche de passivation, les rendant ainsi très réactives.
- Générer des espèces réactives vis-à-vis de la surface à traiter.

À l'approche de la cathode, les ions sont fortement accélérés en raison de l'intensité du champ électrique à cet endroit. Les collisions qu'ils subissent avec les éléments neutres peuvent donner lieu à des transferts du type :



Les ions et les éléments neutres rapides [8].



**Figure II.4.** Pièce nitrurée par plasma [8].



**Figure II.5.** Four de nitruration plasma [8].

### **II.5.3.1. Domaine d'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.

La nitruration et la nitro-carburation ionique (plasma) sont souvent préférées aux processus de gaz correspondants si un masquage est nécessaire,

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

Quant aux applications spéciales nous pouvons citer la nitruration ionique des alliages de titane et d'aluminium. Pour les charges lourdes sur des pièces de machine de grande taille, tels que les arbres et les broches, l'utilisation d'aciers spéciaux de nitruration avec alliage d'aluminium et de chrome est très efficace, car la nitruration ionique (plasma) produit une dureté de surface de plus de 1000 HV [13,14].

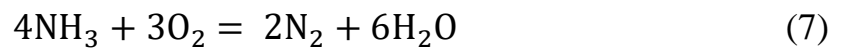
### **II.5.3.2. Avantages de nitruration ionique**

Les avantages des processus de nitruration gazeuse peuvent être améliorés par la nitruration ionique. Particulièrement lorsqu'elle est appliquée aux aciers fortement alliés, la nitruration ionique permet d'obtenir une dureté élevée de la surface favorisant une haute résistance à l'usure, au frottement, abrasion et au grippage. La résistance à la fatigue est augmentée principalement par le développement des contraintes compressives de surface. La nitruration ionique est un choix intelligent lorsque les pièces doivent avoir des zones nitrurées et douces. La possibilité de produire une couche de diffusion sans la présence de la couche de combinaison

est souvent utilisée dans la nitruration ionique avant un revêtement PVD ou CVD. A cet effet, les couches ainsi produites présentent des duretés désirées [15,16].

### II.6. Nature de la source de l'azote

L'ammoniac est un gaz incolore à odeur suffocante qui permet de le mettre en évidence déjà à faibles concentrations. Sa limite de détection olfactive est égale à 5 ppm. Il est très irritant et agit rapidement sur la muqueuse des voies respiratoires supérieures et sur la conjonctive. Il peut également provoquer des lésions cutanées. Les projections d'ammoniac liquide sont particulièrement dangereuses. Des concentrations de 150 ppm provoquent une irritation des muqueuses, alors que des concentrations de l'ordre de 1000 à 2000 ppm peuvent entraîner une issue fatale. Les gaz contenant de l'ammoniac doivent être systématiquement enflammés à leur sortie du four. L'ammoniac brûle conformément à la réaction



Afin que la combustion soit aussi complète que possible, le gaz sortant est généralement mélangé à un combustible tel que le propane. Une purge sous  $\text{N}_2$  doit être impérativement effectuée avant et après chaque injection d'ammoniac dans un four. L'ammoniac est inflammable dans l'air entre 15 et 27% [17].

### II.7. Diffusion de l'azote 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 courts-circuits de diffusion, il faut alors modifier le coefficient de diffusion. Les joints de grains constituent naturellement des singularités dans la diffusion de l'azote, en effet, des nitrures peuvent précipiter dans ces joints [17].

#### II.7.1. Précipitation

Les nitrures se forment à partir de l'azote en solution solide en insertion et aussi à partir des éléments d'alliage en solution solide de substitution lorsque la limite de solubilité de l'azote dans la ferrite est atteinte. Il est possible de déterminer thermodynamiquement, en fonction de leur teneur

en azote et des différentes enthalpies libres de formation  $\Delta G_0$  des nitrures, la nature des précipités formés. L'enthalpie de formation est reliée à l'enthalpie libre par la relation :

$$\Delta G_0 = \Delta H - T \Delta S \quad (8)$$

Est l'entropie de formation. Le tableau 2 donne les enthalpies de formation, la structure cristallographique et les précipités cristallins des différents précipités rencontrés. Ces enthalpies sont généralement plus faibles que celles de la formation des carbures. Ces valeurs peuvent expliquer que lors du traitement de nitruration, ces carbures qui contiennent des éléments nitrogènes comme le chrome ou le vanadium, vont avoir tendance à se dissoudre pour former des nitrures plus stables thermodynamiquement. Les nitrures formés peuvent être de différents types : ils peuvent avoir un caractère incohérent s'ils se forment à partir des carbures présents dans la ferrite ou aux joints de grains et aussi à partir des éléments d'alliages en substitution. Ils peuvent également être sous forme cohérents ou semi-cohérents s'ils se forment à partir d'éléments d'addition présents en solution solide dans la ferrite [17].

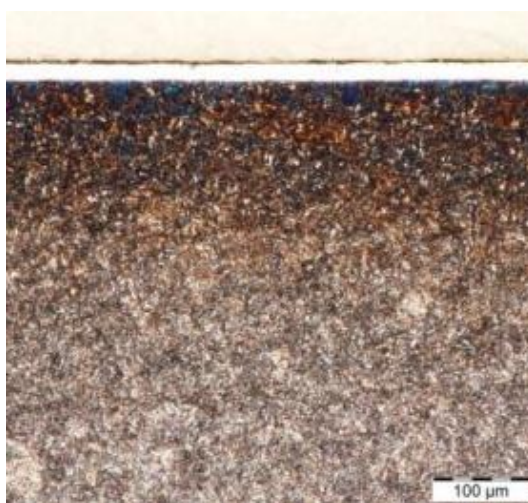
### II.8. Microstructure d'une surface nitrurée

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

- La couche de combinaison ou couche blanche.
- La couche de diffusion.
- L'acier à cœur non traité de type trempé revenu.

#### II.8.1. La couche de combinaison ou couche blanche

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  $\mu\text{m}$  [18].

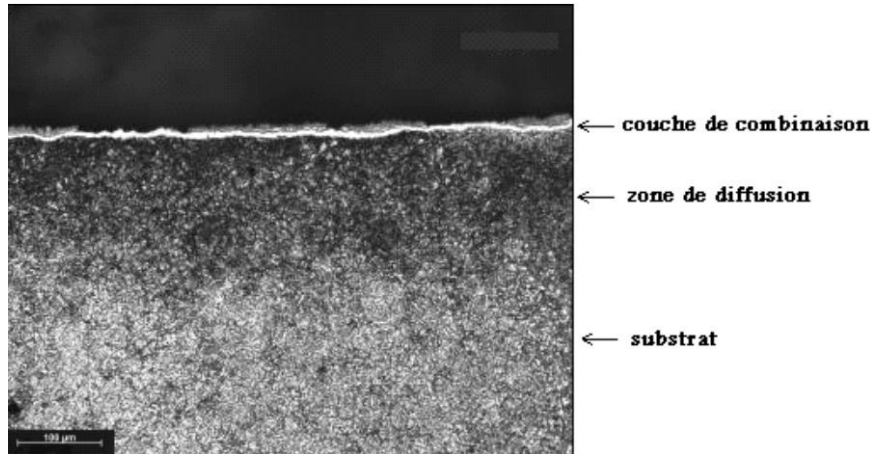


**Figure II.6.** Observation optique de la couche de combinaison (blanche) de l'acier 23MCD5 nitruré après attaque chimique [18].

### II.8.2. La couche de diffusion

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 nitrides nanométriques.

Le matériau à cœur non traité de type trempé revenu [18].



**Figure.II.7.** Observation optique de la couche de diffusion de l'acier 23MCD5 nitruré après attaque chimique [18].

### II.9. Propriétés des couches de nitrides de fer

Généralement les duretés obtenues pour les couches de nitride de fer peuvent atteindre 900 à 1100 HV et qui correspond à la zone de combinaison. Cette dureté diminue ensuite graduellement au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la surface en passant par la zone de diffusion jusqu'à l'arrivée des valeurs de dureté stationnaires qui correspondent à l'acier non traité. Cette propriété des couches nitrurées à ne pas perdre leur dureté (600-1100 HV) jusqu'à des températures de l'ordre de 500°C et ce quelle que soit la durée du séjour à température, et sont associées à une résistance à l'usure élevée. La résistance à l'usure des couches nitrurées est supérieure à celle des aciers cémentés et trempés. Le coefficient de frottement est également favorable. Les couches nitrurées présentent le plus souvent une résistance à la corrosion et à la fatigue-corrosion remarquable. L'opération de nitruration se faisant à température relativement basse, sur cœur stabilisé, en une seule étape et ne mettant pas en jeu de transformation de phases, conduit à des déformations minimales [19].

### II.10. Mécanismes de formation des couches nitrurées

Les alliages fer-azote forment différentes phases et parmi elles, la phase  $F_4N$  (nitride de fer), avec une teneur en azote de 6,10 %, c'est un corps très dur mais fragile. La nitruration s'effectue dans une atmosphère d'ammoniac qui, au chauffage, se dissocie suivant la réaction suivante :  $2 NH_3 \rightarrow 2 N + 6 H$  Donc c'est le gaz ammoniac qui est utilisé comme agent de nitruration, dans lequel les pièces baignent et sont chauffées jusqu'à 550°C. Au contact du fer, l'ammoniac se dissocie en azote et

hydrogène. Une partie de l'azote est absorbée par le métal, tandis que les gaz  $H_2$ ,  $NH_3$ ,  $H_2$  en excès sont évacués. La diffusion de l'azote dans la couche superficielle est plus rapide que celle du carbone à la température 550°C. La présence du chrome, de l'aluminium et du molybdène dans l'acier permet la formation des nitrures de ces éléments qui augmentent effectivement la dureté des pièces nitrurées jusqu'à 1200 HV. Les aciers pour nitruration contiennent généralement les éléments d'alliages Al (1,5 %), Cr (1,65 %), Ni (2 %), Mo (0,3 %) et du carbone (0,35 à 0,45 %). Les 3591 éléments d'alliages, s'ils augmentent la dureté, ils diminuent simultanément l'épaisseur de la couche nitrurée. Cette action est faite surtout dans le cas de l'addition de W, Ni, Cr, Mo. La nitruration est destinée aussi à certaines fontes, qui contiennent également du Cr et Al. Les fontes subissent avant nitruration une trempe et un revenu pour leur donner une structure dure et tenace. La durée de nitruration varie en fonction de l'épaisseur de la couche à obtenir, par exemple 10 heures (0,1 mm) et 70 heures (0,5 mm). Plus la température de nitruration est élevée, plus la dureté de la couche nitrurée est faible et son épaisseur est grande. La diminution de la dureté de la couche nitrurée est liée à la coalescence des nitrures des éléments d'alliage [20].

- Nitride de fer  $\gamma_0$  ( $Fe_4N_{1-x}$ ): structure de type pérovskite et de groupe d'espace Pm3m. Il précipite dès les basses températures et possède un domaine d'existence qui s'étend de 19,3 à 20,6 %at. Son paramètre de maille évolue entre 0,3788 et 0,3803 nm [21,22].

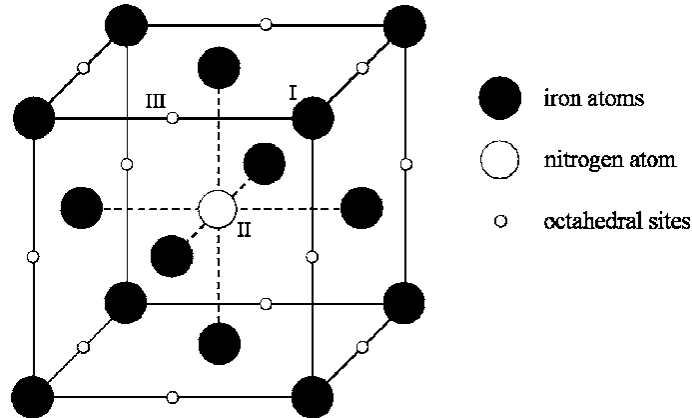


Figure.II.8. Structure du nitride de fer  $\gamma_0$ - $Fe_4N_{1-x}$  [21].

Nitride de fer ( $Fe_{2-3}N$ ) : structure hexagonale de groupe P63/mmc. L'important domaine de composition de cette phase (de 8,25 à 11 %m. à 450°C) entraîne une forte variation des paramètres de maille. Le paramètre a varié de 0,2667 à 0,2764 nm, le paramètre c de 0,4349 à 0,442 nm [21,22].

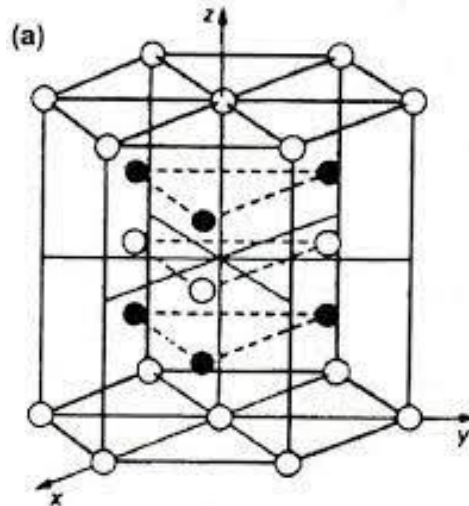


Figure.II.9. Structure du nitruire de fer  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ) [21].

Nitruire	massique d'azote %	Structure cristalline	Enthalpie de formation (kJ/mol)	Paramètre cristallin (nm)
$\text{Fe}_2\text{N}$	11,2	$\text{W}_2\text{C}$	-3,76	-
$\text{Fe}_4\text{N}$	5,9	$\text{Fe}_4\text{C}$	-10,9	0,379
$\text{Cr}_2\text{N}$	11,8	$\text{NV}_2$	-114	$a = 0,4796$ $c = 0,4470$
$\text{CrN}$	21,2	$\text{NaCl}$	-118	0,4149
$\text{MoN}$	6,8	$\text{CFC}$	-69,4	0,4160
$\text{Mo}_2\text{N}$	12,7	H	-	-
$\text{Mn}_4\text{N}$	-	$\text{Fe}_4\text{C}$	-127	0,3865
$\text{Mn}_3\text{N}_2$	-	-	-191	$a = 0,4194$ $c = 0,4031$
$\text{VN}$	21,6	$\text{NaCl}$	-251	0,4169
$\text{AlN}$	34,1	$\text{ZnS}$	-320	$a = 0,3104$ $c = 0,4965$
$\text{TiN}$				0,4237
$\text{Ti}_2\text{N}$	22,6	$\text{NaCl}$	-336	$a = 0,414$
	11,4	$\text{TiN}$	-	$c = 0,8805$
$\text{Si}_3\text{N}_4$	39,9	$\text{Si}_3\text{N}_4$	-748	$a = 0,7748$ $c = 0,561$

Tableau II.1. Données thermodynamiques et cristallines de quelques nitrures [23].

### II.11. Diagramme binaire fer-azote

On a le diagramme suivant en pourcentage atomique :

La phase la plus riche est la phase  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_2\text{N}$ ). Sa structure est hexagonale avec en moyenne 2 ou 3 atomes d'azote en insertion par maille. On a ensuite la phase  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) de structure cubique faces centrées avec un atome d'azote au centre de la maille. On retrouve ces 2 phases  $\epsilon$  et  $\gamma'$  dans la couche superficielle sur une épaisseur maximale de 50  $\mu\text{m}$ . Elles constituent la couche blanche qui est fragile. Au-delà, plus en profondeur, on a la couche de diffusion avec une solution solide d'insertion de l'azote dans le fer  $\alpha$  qui atteint entre 0,5 mm et 1 mm.

- Le coefficient de diffusion est  $D = 6,6 \cdot 10^{-7} e^{-\frac{9360}{T}} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
- La durée du traitement est de plusieurs dizaines d'heures. En ordre de grandeur, il faut 100 h pour avoir une épaisseur de 1 mm de la couche de diffusion [24].

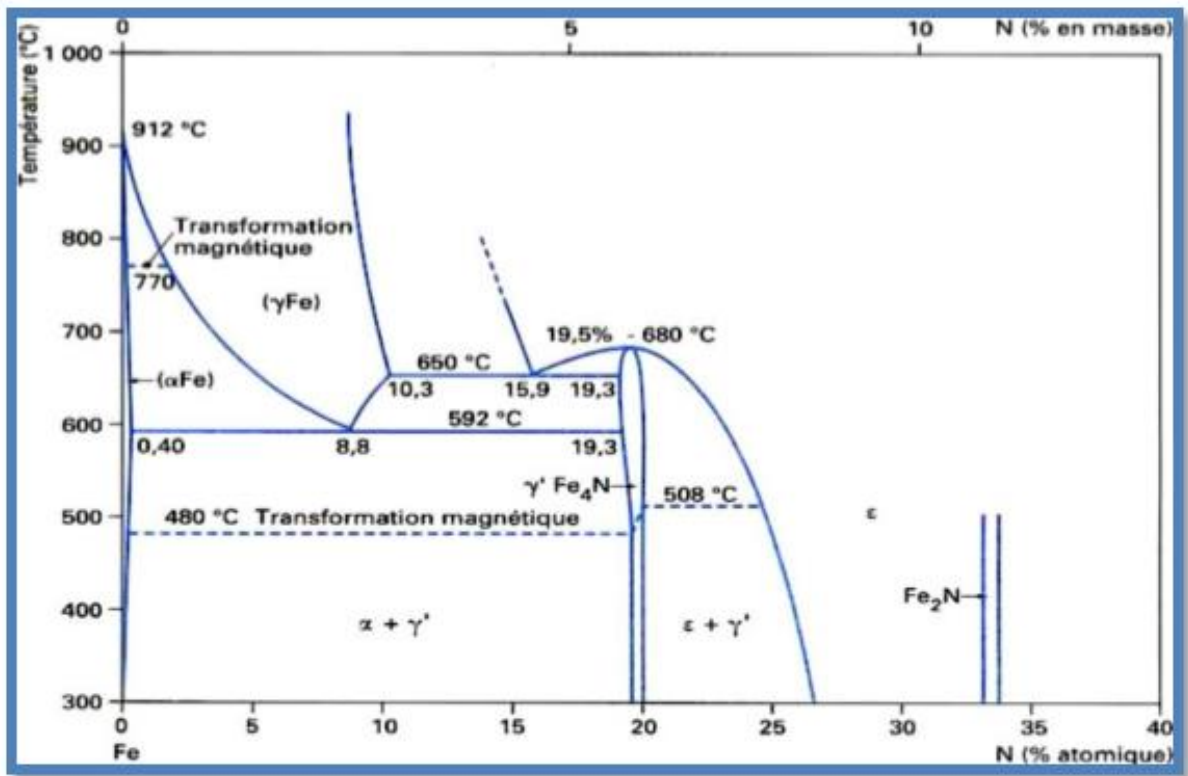


Figure II.10. Diagramme binaire fer-azote [24].

Les caractéristiques cristallographiques des différentes phases de ce diagramme sont regroupées dans le tableau 1. 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  $\gamma$  ou  $\epsilon$ . 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  $\text{Fe}_4\text{N}$   $\gamma'$  (< 0,2 % m) comparée à celle de la phase instable  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_2\text{N}$ ) qui est de 3,7 % massique à 560 °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 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 [23].

Phases	Structure cristalline	Paramètres cristallins	Teneur (% N massique)
$\alpha$	C.C	0,2866 0,2864 (0,11 m. % N)	0,1 % à 590 °C 0,003 % à 200 °C
$\gamma$	C.F.C	0,361 (1,42 m. % N) 0,365 (2,76 m. % N)	
$\gamma'$ ( $\text{Fe}_4\text{N}$ )	C.F.C	0,3795	Max 5,75 % Min 5,3 %
$\epsilon$ ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ )	H.C	a = 0,27 c = 0,4371	Max 10,75 % Min 7,25 %

Tableau II.2. Caractéristiques cristallographiques des phases du système fer-azote [23].

## II.12. Avantage de nitruration

Le procédé de traitement de nitruration est un traitement superficiel qui consiste à plonger des pièces en alliages ferreux spéciaux (aciers au chrome-aluminium) dans un milieu susceptible de céder de l'azote (autrefois appelé nitre) en surface, à une température comprise entre 450 °C et 620 °C où l'azote peut diffuser de la surface vers le cœur de la pièce. Une fois le traitement effectué on peut observer deux couches :

- La couche de combinaison, en surface, d'une épaisseur approximative de 20  $\mu\text{m}$ , elle est composée de nitrures  $\epsilon$  et  $\gamma'$ .

La couche de diffusion plus épaisse (100 à 1000  $\mu\text{m}$ ), si le métal contient des éléments d'alliage il se forme des précipités de nitrures finement dispersés dans la zone de diffusion. Ces précipitations conduisent à un durcissement important, les niveaux de dureté obtenus sont compris entre 400 et 1300 HV (dureté Vickers) et cette dureté peut être conservée jusqu'à des températures de l'ordre de 500 °C. La couche de diffusion est donc plus dure que la couche de combinaison [25].

### **II.13. Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons présenté brièvement, le traitement de nitruration ainsi que ses méthodes classiques et moderne (bains de sels, gazeuse, et ionique) et ses applications. Après nitruration d'une pièce, trois zones distinctes sont créées (couche blanche, couche de diffusion et la couche qui présente le métal de base). Malgré tous les avantages qu'elle présente, en particulier au niveau de la profondeur de diffusion, et de la simplicité de traitement (domaine ferritique), ce traitement reste technologiquement complexe.

## Référence

- [1] B. Abdelhalim .S . Mouhamed. Laboratoire de traitements de surfaces et matériaux, LTSM, Université de SaâdDahleb Blida, B.P no270, Route de Soumaa, Blida, Algeria
- [2] S. Nabil . K. Abdelghani. Etude d'élaboration et Caractérisation des Composés métallique revêtant Les acier .Universitemohamedboudiaf - m'sila. p :12.
- [3] D. Ghiglione, C. Leroux, and C. Tournier. Nitruration, nitrocarburation et dérivés. Techniques de l'Ingénieur, M1227, 1996.
- [4] C. Lidin. Four compact de nitruration et nitrocarburation gazeuse. Traitement Thermique, 386 :33–38, Avril 2008.
- [5] Norme NF A 04-204 : Détermination de l'épaisseur totale ou conventionnelle des couches minces durcies superficielle, 1975.
- [6] Les alliages- fiche technique, Document internet. 2007. <http://www.precimetal.be>.
- [7] S. Baderzamane. R. Mostapha. Etude de traitements thermochimiques Des aciers. Université Mohamed Boudiaf - m'sila .p20.
- [8] Techniques-ingénieur. traitements-assistes-par-plasma-ou-nitruration-et-nitrocarburation-ioniques-m1227
- [9] 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.
- [10] 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.
- [11] G. Fallot «Role du carbone lors de la nitruration d'aciers de construction et influence sur les propriétés rnecaniques», These de doctorat !Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Metiers, French (2015).
- [12] D. Pye «Practical nitriding and ferritic nitrocarburing». Materials Park, OH: ASM International (2003 ).
- [13] D.C. Wen «Microstructure and corrosion resistance of the layers formed on the surface of precipitation hardenable plastic mold steel by plasma-nitriding». Applied Surface Science 256 (2009)797-804
- [14] 0. Wang, L. Zhang, H. Shen «Microstructure analysis of plasma nitrided cast/forged CoCrMo alloys». Surf. Coat. Tech 205 (20 I 0) 2654--2660.

- [15] D. She, W. Yue, Z. Fu, Y. Gu, C. Wang, J. Liu «The effect of nitriding temperature on hardness and microstructure of die steel pre-treated by ultrasonic cold forging technology». *Materials and Design* 49 (2013) 392-399.
- [16] C. Blawert, B.L. Mordike, U. Huchel, S. Stramke, G.A. Collins, K.T. Short, J. Tendys «Surface traitement of nitriding steel 34CrAlNi7: a comparaison between pulsed plasma nitriding and plasma immersion ion implantation». *Surf. Coat. Tech* 98 (1998) 1181-1186.
- [17] Dr. Gilles Olive, "Chimie des matériaux" 3eme Edition (2005), P (47,48).
- [18] Fallot, G. Rôle du carbone lors de la nitruration d'aciers de construction et influence sur les propriétés mécaniques (Doctoral dissertation). (2015).
- [19] Harterei Gster, traitements thermiques "la trempe superficielle", page(4).
- [20] Traitement de surface - Généralités sur la nitruration p 26
- [21] H.J. goldschmidt. Interstitial Alloys. Butterworth's and Co Ltd, 1967.
- [22] D. Gerardin, H. Michel, J.P. mornioli, and M. Gantois. Etude microstructurale des couches nitrurées du fer pur obtenues par bombardement ionique. *Mémoires Scientifiques Revue Métallurgie*, Juillet-Août 1977.
- [23] L. Marot, Développement d'un nouveau système d'implantation ionique en immersion plasma et analyses des processus de nitruration
- [24] M. Slovacek, Application of numerical simulation of heattreatment in industry; *J. Phys. IV*, 120:753–760, 2004.
- [25] Boucifi, I. Boutemak, I. Etude microstructurale et mécanique sur l'effet de la boruration sur la nouvelle phase max Cr<sub>2</sub>AlC (Thèse de master). (2019).

# **Chapitre III**

Techniques expérimentales  
de nitruration-Résultats et  
discussions

---

# Sommaire

III.1. Introduction .....	42
III.2. Acier étudié (42CrMo4).....	42
III.3. Composition chimique de l'acier 42CrMo4.....	42
III.4. Préparation des éprouvettes de traction et de choc .....	43
III.4.1. Découpage de la matière première.....	43
III.4.2. Usinage des éprouvettes de traction et de choc .....	43
III.5. Techniques de traitement de nitruration.....	44
III.6. Préparation des éprouvettes pour caractérisation .....	45
III.6.1. Enrobage à résine époxy.....	45
III.6.2. Polissage mécanique .....	46
III.6.3. L'attaque chimique .....	47
III.7. Cristallographie de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration .....	47
III.7.1. Microstructure de l'acier 42CrMo4 avant nitruration .....	48
III.7.2. Microstructure de l'acier 42CrMo4 après nitruration .....	49
III.8. Essai de dureté .....	50
III.8.1. Microdureté Vickers.....	50
III.8.2. Profil de microdureté HV de l'acier 42CrMo4avant et après nitruration .....	51
III.9. Essai de traction.....	52
III.9.1. Résultats des essais de traction .....	53
III.10. Essai de résilience .....	54
III.10.1. Résultats des essais de résilience .....	55
III.11. Conclusion.....	56

# Liste des figures

Figure III.1. Spectromètre à émission optique.....	42
Figure III.2. Tronçonneuse avec lubrification. ....	43
Figure III.3. Représentation dimensionnelle de l'éprouvette de traction cylindrique. ....	44
Figure III.4. Représentation dimensionnelle de l'éprouvette de choc (Charpy U). ....	44
Figure III.5. Four de nitruration gazeuse.....	45
Figure III.6. Machine d'enrobage avec la résine d'époxy noire. ....	45
Figure III.7. Enrobage des éprouvettes avant et après nitruration. ....	46
Figure III.8. Machine automatique de polissage.....	46
Figure III.9. La solution d'attaque chimique. ....	47
Figure III.10. Microscope optique Leica DMi8.....	48
Figure III.11. Microstructure de l'acier 42CrMo4 (brut) avant nitruration.....	48
Figure III.12. Microstructure de l'acier 42CrMo4 après la nitruration gazeuse (13h). ....	49
Figure III.13. Principe de l'essai de dureté Vickers (HV).....	50
Figure III.14. Micro-d'uroomètre numérique.....	51
Figure III.15. Le profil de microdureté HV de la surface au noyau de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration. ....	52
Figure III.16. Machine de l'essai de traction. ....	52
Figure III.17. Éprouvettes de traction en acier 42CrMo4 brut, (a) : Avant traction, (b) : après traction.....	53
Figure III.18. Éprouvettes de traction en acier 42CrMo4 nitruré, (a) : Avant traction, (b) : après traction.....	53
Figure III.19. Machine de l'essai de résilience (choc). ....	54
Figure III.20. Éprouvettes de résilience en acier 42CrMo4 brut, (a) : Avant choc, (b) : après choc. ....	55
Figure III.21. Éprouvettes de résilience en acier 42CrMo4 nitruré, (a) : Avant choc, (b) : après choc. ....	55

# Liste des tableaux

Tableau III.1. Composition chimique de l'acier 42CrMo4 (brut).....	43
Tableau III.2. Les conditions opératoires de cycle de nitruration des éprouvettes $E_{t1}$ , $E_{c1}$ ...	45
Tableau III.3. Propriétés mécaniques de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration. ....	53
Tableau III.4. Résultats obtenus après un essai de choc de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration.....	55

### III.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous avons fait une étude expérimentale sur l'influence de traitement de nitruration sur les propriétés structurales et mécaniques (microdureté, traction et choc) d'un acier faiblement allié (42CrMo4). Une comparaison des résultats a été faite avant et après nitruration en utilisant deux éprouvettes de traction  $E_{t0}$ ,  $E_{t1}$  et deux de choc  $E_{c0}$ ,  $E_{c1}$  en acier 42CrMo4, les éprouvettes  $E_{t0}$  et  $E_{c0}$  est laissées sans traitement afin de comparer les structures et les duretés avec les éprouvettes  $E_{t1}$  et  $E_{c1}$  nitrurées durant 13 heures en utilisant un gaz d'ammoniac  $NH_3$ . Les résultats obtenus seront discutés dans ce qui suit.

### III.2. Acier étudié (42CrMo4)

Dans notre étude, nous avons utilisé un acier d'une nuance 42CrMo4 qui appartient aux aciers de construction faiblement allié au chrome-molybdène pour trempe et revenu. Il présente une bonne trempabilité à l'huile et une bonne résistance aux surcharges à l'état traité. Cet acier est très employé en mécanique, pour des pièces de moyennes à fortes sections arbres, essieux, crémaillères, vilebrequins, bielles, engrenages. En outre, il est largement utilisé pour des pièces traitées superficiellement.

### III.3. Composition chimique de l'acier 42CrMo4

L'analyse élémentaire de la composition chimique de la nuance 42CrMo4 a été faite par un spectromètre à émission optique (SPECTROMAXx arc/spark OES), au niveau du laboratoire de l'établissement des réalisations industrielles de Sérïana.



Figure III.1. Spectromètre à émission optique.

Après trois lectures, nous avons fait une moyenne des lectures comme il est indiqué sur le tableau III.1. Les résultats obtenus montrent que l'acier 42CrMo4 présente des quantités minimales de carbone  $C=0.40$  %, de chrome  $Cr=0.93\%$ , de Molybdène  $Mo=0.28\%$ , de

manganèse  $Mn=0.77\%$ , où le fer (Fe) est l'élément de base avec une quantité majoritaire plus de 97%. Les autres éléments sont présentés sous formes des traces.

L'élément	C	Cr	Mo	P	S	Si	Ni	Mn	Cu	Fe
Quantité (%)	0.40	0.93	0.28	0.017	0.025	0.20	0.0848	0.77	0.1768	Bal

Tableau III.1. Composition chimique de l'acier 42CrMo4 (brut).

### III.4. Préparation des éprouvettes de traction et de choc

Dans cette étude, nous avons utilisé deux éprouvettes de traction et deux éprouvettes de choc en acier 42CrMo4, en suivant les étapes suivantes :

#### III.4.1. Découpage de la matière première

La première étape de la préparation des éprouvettes de traction et choc consiste à découper quatre cylindres de la matière première en acier 42CrMo4 de lingots du stock.



Figure III.2. Tronçonneuse avec lubrification.

#### III.4.2. Usinage des éprouvettes de traction et de choc

L'usinage des éprouvettes de traction et de choc pour notre étude, se fait selon les étapes mentionnées ci-dessous :

- Après avoir choisi le matériau selon un certificat d'ordonnancement (déterminer le type d'acier (42CrMo4) et la quantité du matériau (quater éprouvette).
- Usinage par des machines de tournages et fraisage les éprouvettes  $E_{t0}$ ,  $E_{t1}$ ,  $E_{c0}$  et  $E_{c1}$  en suivant des normes internationales de traction et choc (voir les figures III.3 et 4).
- Finalement, nous avons fait une rectification pour avoir un bon état de surface.

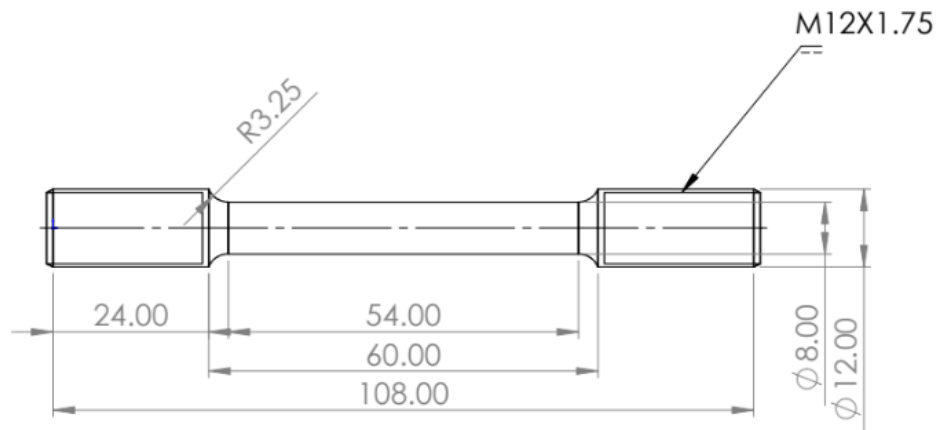


Figure III.3. Représentation dimensionnelle de l'éprouvette de traction cylindrique.

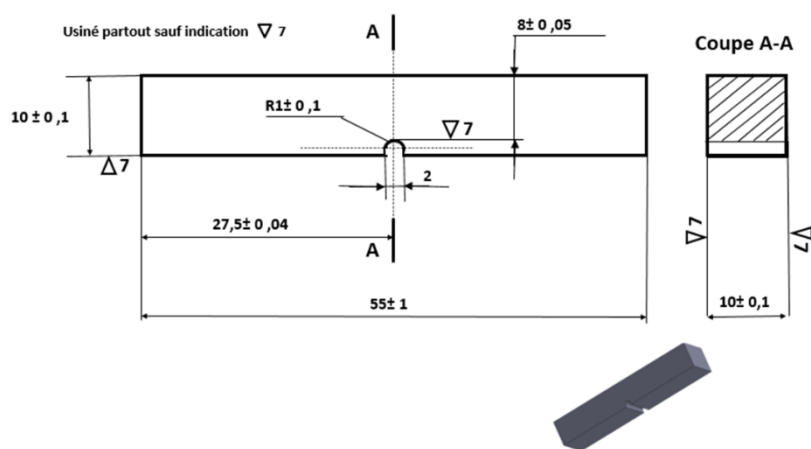


Figure III.4. Représentation dimensionnelle de l'éprouvette de choc (Charpy U).

### III.5. Techniques de traitement de nitruration

Après avoir préparé les éprouvettes de traction et de choc  $E_{t0}$ ,  $E_{t1}$ ,  $E_{c0}$  et  $E_{c1}$  en acier 42CrMo4, nous avons laissé les éprouvettes  $E_{t0}$ ,  $E_{c0}$  sans traitement pour comparer la structure et les propriétés mécanique (module de Young, dureté, force de traction, ténacité, ...) de notre nuance avant et après nitruration. Les éprouvettes  $E_{t1}$ ,  $E_{c1}$  sont traitées par un traitement thermo-chimique de nitruration qui consiste à enrichir la couche superficielle en azote, enveloppé sur le métal. Les conditions opératoires du cycle de traitement de nitruration sont mentionnées dans le tableau ci-dessous, où le traitement commence par la mise en place des éprouvettes dans l'enceinte puis fermeture, suivi d'un échauffement et nettoyage jusqu'à  $T=580$  °C. Finalement, injection du gaz d'ammoniac  $NH_3$  avec un débit  $d=60$  L/h pour une durée de maintien  $t=13$  heures. La nitruration de l'acier 42CrMo4 se fait dans un milieu isotherme.

L'ammoniac se dissocie à la surface de l'acier à la température de traitement selon la formule de réaction suivante :  $2NH_3 \Rightarrow 2NFe + 3H_2$

Température de nitruration (°C)	Le débit de(NH <sub>3</sub> )L/h	Durée de nitruration(h)
580	60	13

**Tableau III.2.** Les conditions opératoires de cycle de nitruration des éprouvettes E<sub>t1</sub>, E<sub>c1</sub>.



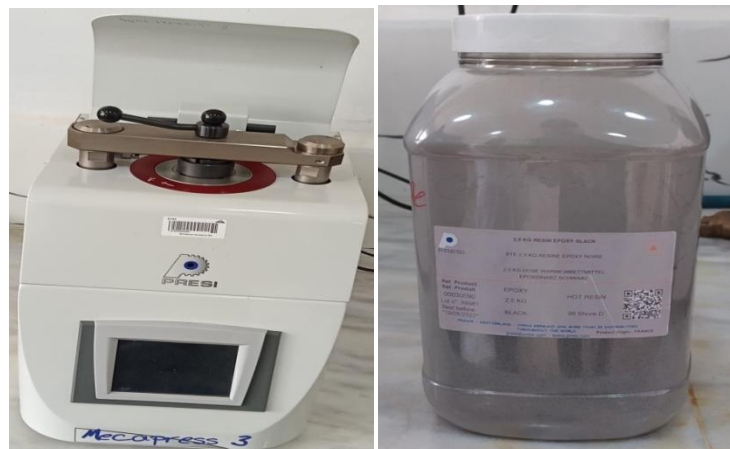
**Figure III.5.** Four de nitruration gazeuse.

### III.6. Préparation des éprouvettes pour caractérisation

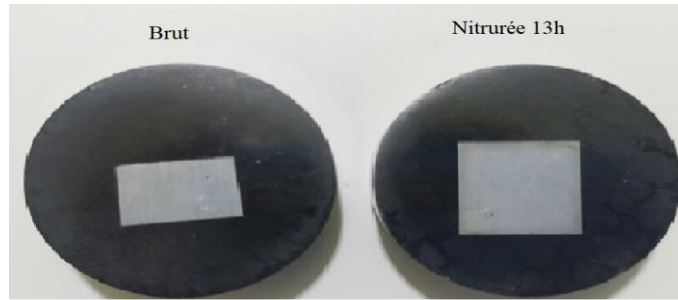
Toutes les éprouvettes brutes E<sub>t0</sub>, E<sub>c0</sub> ou nitrurées E<sub>t1</sub>, E<sub>c1</sub> en acier 42CrMo4 seront caractérisées en commençant par la préparation des spécimens en suivant les étapes suivantes :

#### III.6.1. Enrobage à résine époxy

Cette étape exige à nettoyer par l'acétone ou l'alcool toutes les éprouvettes avant d'être enrobées afin d'améliorer l'adhérence entre la résine d'enrobage par l'époxy noire et les bords des éprouvettes (figure III.6). Le nettoyage des éprouvettes doit se faire en portant des gants ou à l'aide d'une pince. En outre, il faut ajuster la taille de l'éprouvette à celle du moule d'enrobage.



**Figure III.6.** Machine d'enrobage avec la résine d'époxy noire.



**Figure III.7.** Enrobage des éprouvettes avant et après nitruration.

### III.6.2. Polissage mécanique

Cette étape est pour présenter une courte introduction des techniques de polissage mécanique l'étude métallographie et la mesure du profil de dureté.

Cette opération de polissage avec du papier verre avec un grain de différente grosseur tel que :

- Indice grand = petit grain ou grain fin.
- Indice petit = gros grain du papier.

Les étapes de polissage mécaniques sont :

- La première étape consiste à aplatir les éprouvettes  $E_{t1}$ ,  $E_{c1}$  à l'aide d'une meule pour retirer la couche nitrurée afin d'obtenir une section transversale de la couche nitrurée vers le noyau brut.
- La deuxième étape consiste à établir un polissage de surface dégradée. Toutes les éprouvettes  $E_{t0}$ ,  $E_{t1}$ ,  $E_{c0}$  et  $E_{c1}$  sont polies à l'eau (pour éviter tout échauffement de la matière) à l'aide d'une machine à polir avec du papier abrasif, allant du gros grain au plus fin (p180, p320, p400, p600, p800, p1000). Le nombre derrière le papier correspondant au nombre de grains par unité de surface (grains/cm<sup>2</sup>). Durant le polissage, il est nécessaire de croiser le sens de polissage à chaque changement du papier pour permettre la finition des rayures restantes de l'étape précédente.
- La dernière étape, présente un polissage de finition (miroir) à l'aide d'un disque en feutre avec l'addition du lubrifiant et de la pâte diamantée de granulométrie 6  $\mu\text{m}$ .



**Figure III.8.** Machine automatique de polissage.

### III.6.3. L'attaque chimique

Une fois toutes les étapes de polissage sont terminées, nous procédons au bon nettoyage des pièces avec de l'eau distillée et du coton et on met des gouttes d'alcool éthanol ( $C_2H_5OH$ ) pour éviter l'oxydation d'eau (la corrosion) puis on les sèche bien. On submerge tous spécimens nettoyés dans une solution d'attaque (96 % d'alcool éthanol  $C_2H_5OH$  + 4 % de nitrate  $HNO_3$ ) pendant 25 secondes au cours de cette attaque une fine couche est formée sur la surface avec un certain épaisseur en fonction de la composition chimique de notre matériau (42CrMo4). Finalement, un lavage des spécimens pour la deuxième fois en remettant des gouttes d'alcool éthylique, puis séchés par un séchoir sans les toucher.



Figure III.9. La solution d'attaque chimique.

### III.7. Cristallographie de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration

Les images micrographiques sont obtenues à l'aide d'un microscope optique est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions (grossissement) et de séparer les détails de cette image afin qu'il soit observable à l'œil nu. Le but de l'examen métallographique des métaux et des alliages est de définir leur structure avec précision, c'est à dire de déterminer qualitativement la nature, la forme et la répartition de leurs constituants.

Les spécimens en acier 42CrMo4 avant et après nitruration sont observés à l'aide d'un microscope optique Leica DMi8 (voir la figure III.10), muni de cinq objectifs ( $\times 5$ ,  $\times 10$ ,  $\times 20$ ,  $\times 50$ ,  $\times 100$ ) et grandissement totale oculaire ( $\times 10000$ ). Il est équipé d'un appareil photo numérique, de longueur focale de 29 mm et de 7.0 giga-pixels. Cela nous permet d'avoir des différents grossissements en utilisant le zoom de l'appareil et les objectifs du microscope.

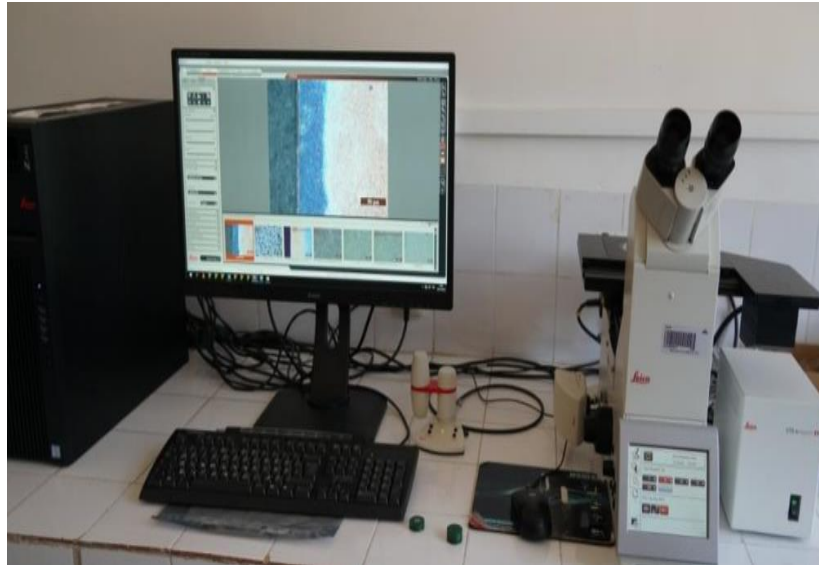


Figure III.10. Microscope optique Leica DMi8.

### III.7.1. Microstructure de l'acier 42CrMo4 avant nitruration

Selon la figure III.11 (a) de la microstructure de l'acier 42CrMo4 avant nitruration, il est clairement observable que les éprouvettes  $E_{c0}$  et  $E_{t0}$  présentent une structure homogène à grains uniformes de ferrite + de perlite globulaire et lamellaire au cœur et au bord (voir les figures III.11 (b et c)).

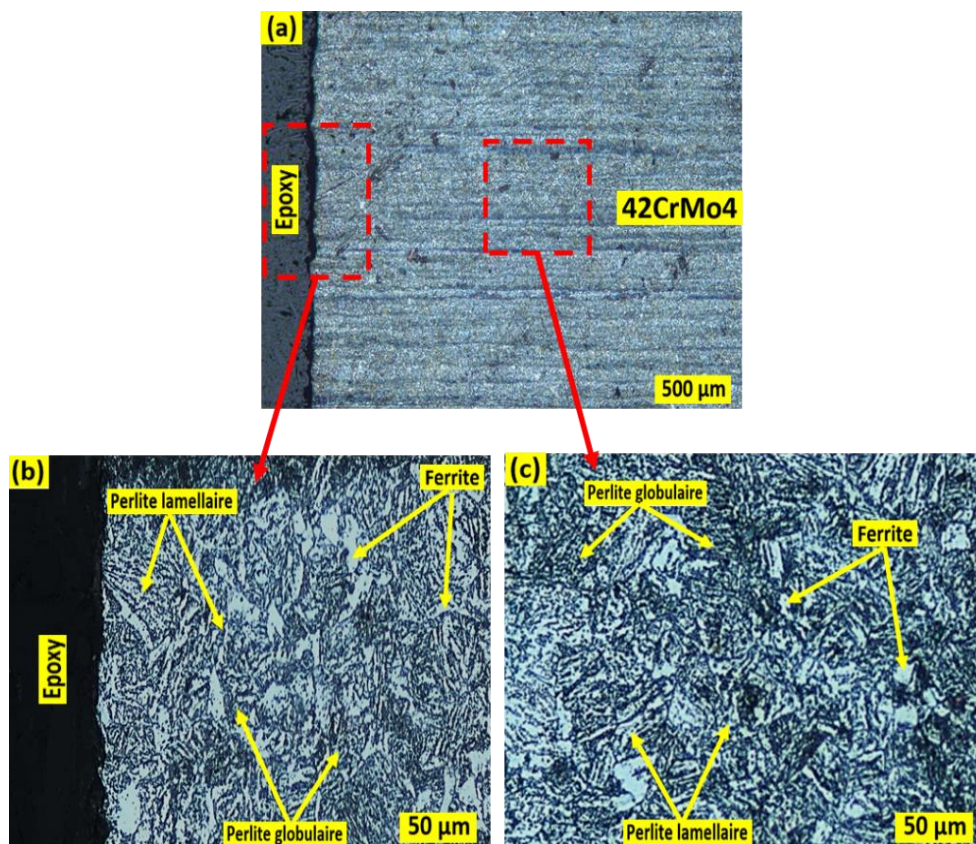


Figure III.11. Microstructure de l'acier 42CrMo4 (brut) avant nitruration.

### III.7.2. Microstructure de l'acier 42CrMo4 après nitruration

Après 13 heures de nitruration de l'acier 42CrMo4, on observe de trois structures distinctes dans les éprouvettes de traction et choc  $E_{t1}$  et  $E_{c1}$ . Premièrement, une couche de combinaison (blanche) d'une profondeur moyenne étroite  $P=10.95 \mu\text{m}$  où l'azote est combiné sous forme de nitrures de fer  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ) et  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) ou avec d'autres nitrures d'alliages (voir la figure III.12 (b)). La deuxième couche, présente la zone de diffusion où l'azote est diffusé en solution solide d'insertion en formant des précipitations de nitrures finement dispersés qui conduisent à un durcissement supplémentaire, la structure de cette couche est ferrito-perlitique (globulaire et lamellaire) avec des traces de nitrures (figure III.12 (c)). La dernière couche présente l'acier de base avec une structure de ferrite + perlite globulaire et lamellaire (figure III.12 (d)).

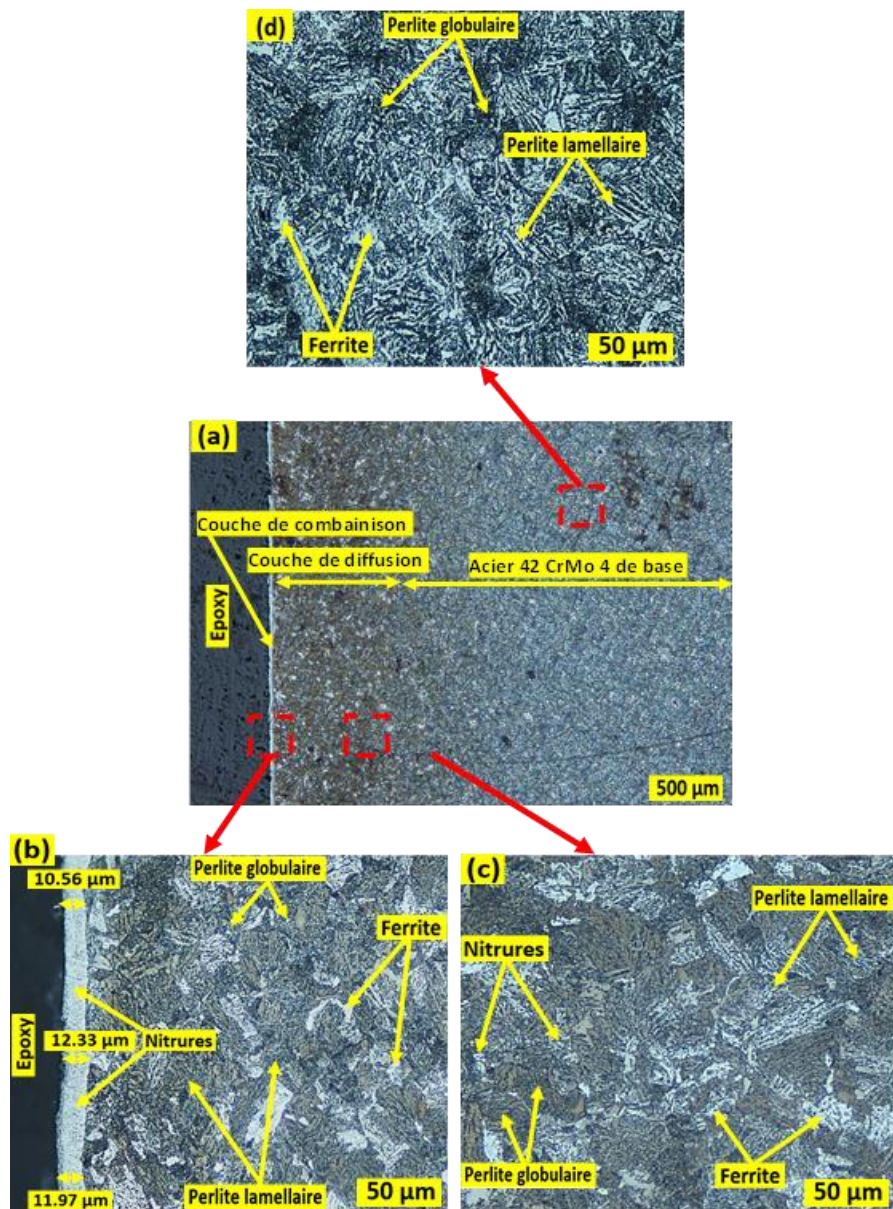


Figure III.12. Microstructure de l'acier 42CrMo4 après la nitruration gazeuse (13h).

### III.8. Essai de dureté

La dureté est l'un des moyens essentiels nécessaire au métallurgiste pour caractériser un traitement thermique et thermochimique. La dureté est la capacité d'une matière à résister à la pénétration d'une matière plus dure qu'elle. Elle est aussi déterminée par sa résistance aux rayures. Le diamant constitue le matériau le plus dur. Les aciers à haute teneur en carbone sont durs, les aciers doux, un peu moins.

Mesure de la dureté est donnée en méga-pascal (MPa) puisqu'elle est le rapport d'une force en Newton (N) sur une surface calculée en millimètres carrés (mm<sup>2</sup>), mais, par convention ce chiffre sera sans dimension. Il existe plusieurs manières de déterminer la dureté d'un matériau dont : Brinell, Rockwell et Vickers, le symbole de dureté est respectivement HB, HR, HV.

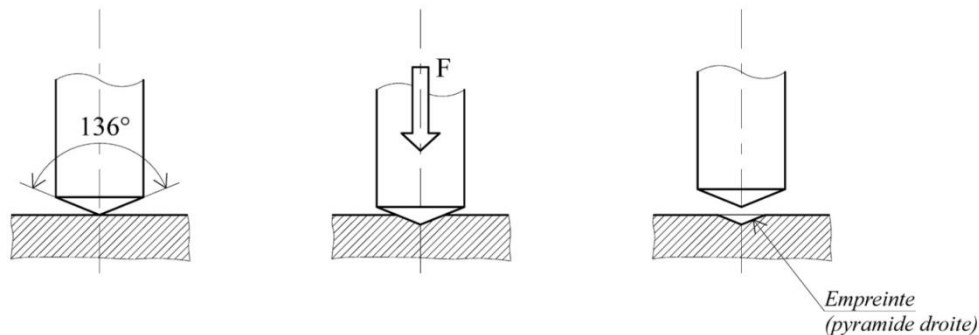


Figure III.13. Principe de l'essai de dureté Vickers (HV).

#### III.8.1. Microdureté Vickers

L'essai Vickers consiste à appliquer sur le matériau un pénétrateur diamant en forme de pyramide à base carrée, d'angle au sommet 136°, sous l'action d'une charge F maintenue pendant 15 secondes, et à mesurer la diagonale (D) d'une empreinte après enlèvement de la charge. La dureté Vickers est proportionnelle au rapport F/S. Elle s'exprime par un nombre sans unité, HV, suivi de la valeur de la charge, par exemple : 255 HV 30. La dureté Vickers (HV) est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$HV = 0.1891 \times \frac{F}{D^2} \quad (1)$$

Où :

F : est la charge appliquée en N ;

D : la diagonale de l'empreinte en mm ;

H : La profondeur de pénétration est  $H = D / 7$ .

Cet essai est appliqué principalement aux métaux, mais peut l'être également appliqué aux céramiques avec de très faibles charges.

La charge d'essai est :

- $49 \text{ N} \leq F \leq 981 \text{ N}$  (pour les Aciers).
- $49 \text{ N} \leq F \leq 180 \text{ N}$  (pour Al, Cu et alliages).



**Figure III.14.** Micro-d'uromètre numérique.

### III.8.2. Profil de microdureté HV de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration

Le profil de microdureté Vickers des spécimens en acier 42CrMo4 avant et après nitruration a été obtenu en utilisant un micro-d'uromètre de type Zwick Roell ZHV10-A avec une charge de 500 gf pour une durée de maintien de 10 s à 22 °C. La valeur moyenne de la dureté Vickers a été rapportée pour trois lectures.

Les résultats obtenus dans la figure III.15 de la microdureté des spécimens  $E_{c0}$  et  $E_{t0}$  en acier 42CrMo4 avant nitruration, montrent que la dureté est similaire au bord et au cœur qui est à l'entour de 212 HV. Après nitruration, le profil de microdureté des spécimens  $E_{t1}$  et  $E_{c1}$  présente trois zones distinctes. Premièrement, la couche nitrurée qui présente la dureté superficielle la plus élevée. Les valeurs élevées de la dureté dans la couche nitrurée sont obtenues par l'effet de la combinaison de l'azote avec le fer en créant des nitrures de fer  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ) et  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) qui sont très dures. La seconde zone présente la région de diffusion des atomes d'azote en solution solide d'insertion avec des quantités décroissantes dans une profondeur très limitée où les valeurs de la dureté sont diminuées de 450 à 250 HV, en conséquence d'une faible création des nitrures dans la structure ferrito-perlitique (globulaire et lamellaire). La troisième zone présente l'acier 42CrMo4 de base car l'effet de nitruration reste superficiel et n'atteint pas le cœur (noyau) où les valeurs de la dureté sont de l'ordre de 212 HV.

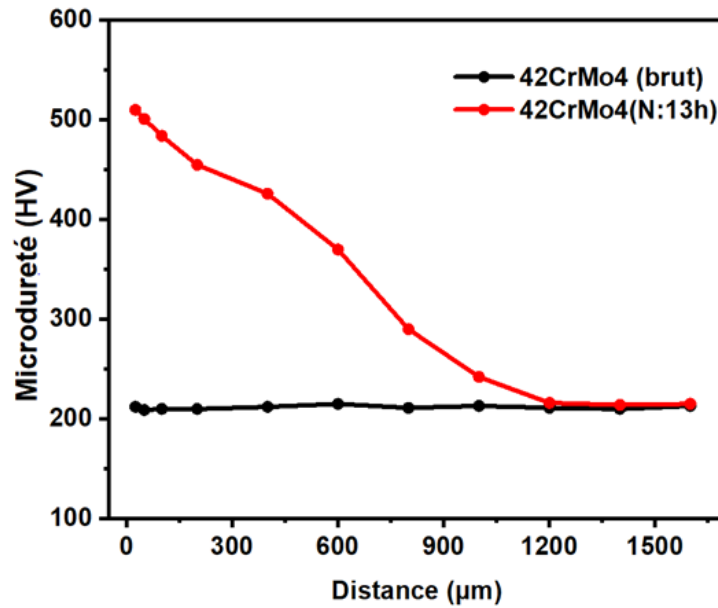


Figure III.15. Le profil de microdureté HV de la surface au noyau de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration.

### III.9. Essai de traction

L'essai de traction est pour étudier les propriétés fondamentales des matériaux et de déterminer plusieurs caractéristiques mécaniques, notamment l'allongement élastique (en %), la résistance à la rupture par traction (en MPa), la limite apparente d'élasticité (en MPa), le module de Young (en MPa) et le coefficient de striction (en %).



Figure III.16. Machine de l'essai de traction.

Nous avons fait trois essais de traction, afin de prendre des résultats crédibles en utilisant des éprouvettes de traction en acier 42CrMo4 avant et après nitruration.

### III.9.1. Résultats des essais de traction

Le tableau.III.3 présente les résultats obtenus de l'essai de traction pour les éprouvettes  $E_{t0}$ ,  $E_{t1}$  en acier 42CrMo4 avant et après nitruration. On constate deux comportements mécaniques distincts. Avant nitruration, l'acier 42CrMo4 présente des propriétés mécaniques moyennes avec une limite élastique simple  $R_e=463.01$  Mpa qui correspond à la contrainte à partir de laquelle l'acier 42CrMo4 commence à se déformer et d'un module de Young  $E=213.06$  KN/mm<sup>2</sup>. En outre, une modeste résistance à la traction (également appelée résistance à la rupture)  $R_m=665.3$  Mpa a été calculée, qui signifie que la contrainte de traction mécanique n'est pas assez grande à l'effet d'un coefficient de striction  $A=23.5$  %élevé car l'acier 42CrMo4 de l'éprouvette  $E_{t0}$  est ductile (figure III.17). Après nitruration, l'acier 42CrMo4 devient plus dure en présence des nitrures de fer et d'alliages en doublant toutes les propriétés mécaniques initiales et en augmentant la fragilité de l'acier avec un coefficient de striction presque nul  $A=0.8$  %(figure III.18).

Eprouvette en acier 42CrMo4	$R_e$ (MPa)	$E$ (kN/mm <sup>2</sup> )	$R_m$ (MPa)	$A$ (%)
$E_{t0}$ (brute)	463.01	213.06	665.03	23.5
$E_{t1}$ (nitrurée 13h)	920.5	401.69	1219.7	0.8

Tableau. III.3. Propriétés mécaniques de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration.

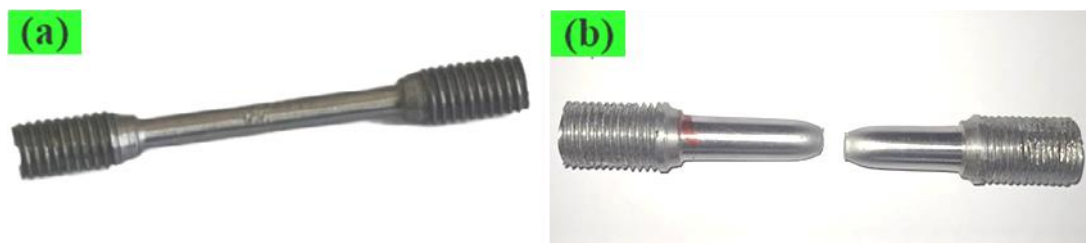


Figure III.17. Éprouvettes de traction en acier 42CrMo4 brut, (a) : Avant traction, (b) : après traction.

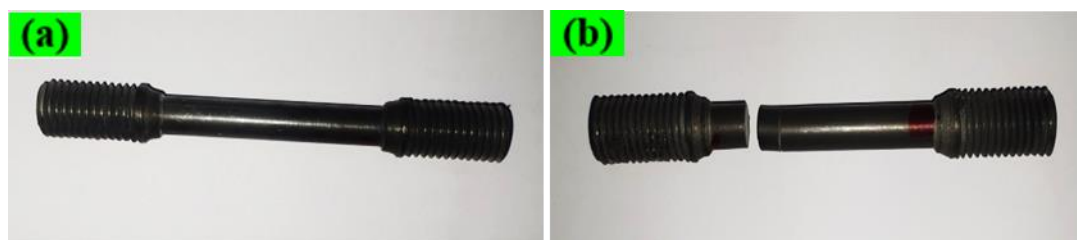


Figure III.18. Éprouvettes de traction en acier 42CrMo4 nitruré, (a) : Avant traction, (b) : après traction.

### III.10. Essai de résilience

La résilience d'un matériau caractérise sa capacité à absorber un choc sans se rompre, celle-ci peut être mesurée sur des machines de type Charpy (voir la figure III.19). La résistance au choc Charpy représente l'énergie du choc absorbée par l'éprouvette lors de sa rupture, rapportée à la section initiale de l'éprouvette. Au cours de cet essai, l'éprouvette Charpy est rompue à l'aide d'un pendule de masse (m) qui tombe d'une hauteur H. Après avoir cassé l'éprouvette, le pendule remonte à une hauteur H'. La résilience du matériau est déterminée par l'énergie absorbée rapportée à la surface rompue.



**Figure III.19.** Machine de l'essai de résilience (choc).

La formule utilisée pour calculer l'énergie absorbée est :

$$W = P(h_0 - h_1) \quad (2)$$

Avec :

W : est l'énergie absorbée en joules.

P : est le poids du pendule en Newton.

$h_0$  : est la hauteur de départ en mètre du pendule.

$h_1$  : est la hauteur finale en mètre du pendule après le choc.

La ténacité  $K_{cu}$  établit suivant la norme ASTM E399 d'une éprouvette avec entaille en U.

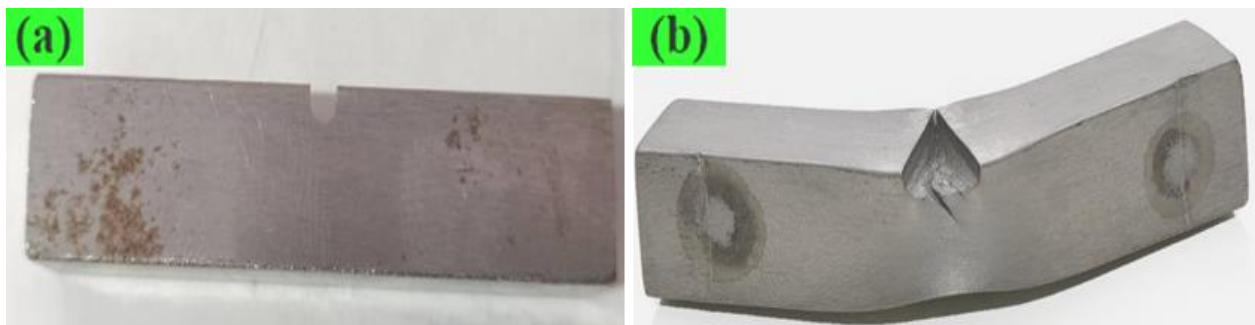
$$K_{cu} \text{ (J/cm}^2\text{)} = W/S \quad (3)$$

### III.10.1. Résultats des essais de résilience

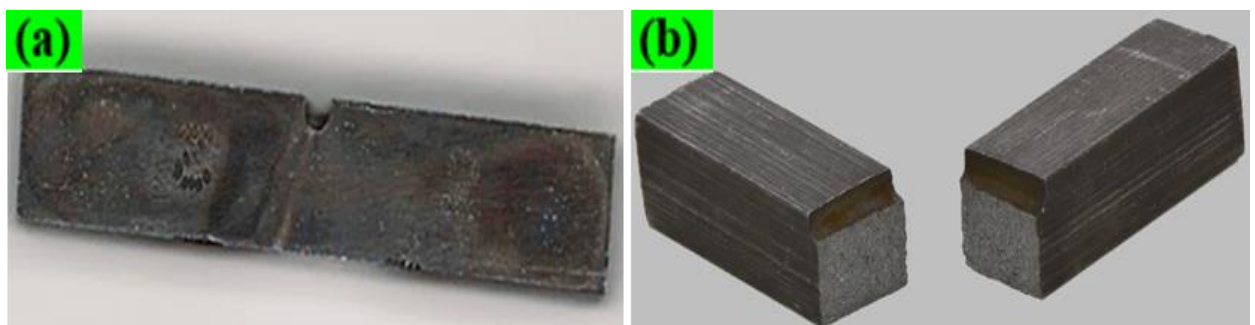
Les résultats obtenus du choc présentés dans le tableau.III.4 et de la figure III.20 et 21, montrent que l'acier 42CrMo4 brut de l'éprouvette  $E_{c0}$  est appartient aux aciers tendres et ductiles en absorbant une énergie intéressante  $E_a=104.5$  J et une ténacité élevée  $K_{CU}= 130,62$  J/cm<sup>2</sup>. Après nitruration, l'éprouvette  $E_{c1}$  (nitrurée 13h) présente un comportement mi-fragile, où elle est cassée complètement sans déformation en absorbant une énergie  $E_a= 56.5$  J et en donnant une ténacité basse  $K_{CU}= 67.12$  J/cm<sup>2</sup>. Cette modification de la capacité à absorber un choc due de la composition de l'acier 42CrMo4 nitruré d'une couche superficielle (dure et fragile) reposant sur un cœur (tendre et ductile).

Eprouvettes acier 42CrMo4	L'énergie absorbée (J)	Ténacité(J/cm <sup>2</sup> )
<b><math>E_{c0}</math> (brute)</b>	104.5	130,62
<b><math>E_{c1}</math> (nitrurée 13h)</b>	56.7	67.12

**Tableau. III.4.** Résultats obtenus après un essai de choc de l'acier 42CrMo4 avant et après nitruration.



**Figure III.20.** Éprouvettes de résilience en acier 42CrMo4 brut, (a) : Avant choc, (b) : après choc.



**Figure III.21.** Éprouvettes de résilience en acier 42CrMo4 nitruré, (a) : Avant choc, (b) : après choc.

### III.11. Conclusion

D'après tous les résultats obtenus, nous concluons que les propriétés structurales et mécaniques de l'acier 42CrMo4 ont été modifiées après nitruration. Avant nitruration, l'acier 42CrMo4 présente une structure de ferrite + perlite globulaire et lamellaire au bord et au cœur (noyau). En outre, il a des propriétés mécaniques modestes (limite élastique simple  $R_e$ , module de Young  $E$ , résistance à la rupture  $R_m$ ). Après nitruration, toutes les propriétés mécaniques de l'acier 42CrMo4 ont été améliorées à l'effet de la combinaison de l'azote avec le fer en formant de nitrures de fer  $\epsilon$  ( $Fe_{2-3}N$ ) et  $\gamma'$  ( $Fe_4N$ ) ou avec d'autres nitrures d'alliages qui sont très dures. En plus, l'acier 42CrMo4 nitruré devient mi-fragile.

# Conclusion générale

---

## Conclusion générale

---

### Conclusion générale

Les différents résultats obtenus dans notre étude montrent les bénéfices de la nitruration en modifiant les propriétés superficielles (structurelles et mécaniques) de l'acier 42CrMo4. Avant nitruration l'acier 42CrMo4 possède des propriétés mécaniques de base. D'une manière générale, la faiblesse de l'acier 42CrMo4 réside dans sa faible teneur en carbone ( $C=0.40\%$ ) (Appartient à classe des aciers demi-doux  $C=0.40\%$ ). Après nitruration, Toutes les propriétés mécaniques de l'acier 42CrMo4 sont modifiées et que le temps de nitruration est parmi les paramètres opératoires qui ont une grande influence sur le traitement de nitruration. Toutes les conclusions sont résumées comme suivant :

- L'acier 42CrMo4 non traité (brut) présente une structure ferrite + perlite globulaire et lamellaire dans toutes les régions, mais ce n'est pas le cas après nitruration.
- L'azote diffusé à la surface de l'acier 42CrMo4 durant la nitruration a permis de la composition d'une couche mince dure et fragile sous forme de nitrides de fer  $\epsilon$  ( $Fe_{2-3}N$ ) et  $\gamma'$  ( $Fe_4N$ ) ou avec d'autres nitrides d'alliages.
- Le profil de dureté dans l'acier 42CrMo4 brut a une tendance stable de la surface vers le cœur (noyau). Par contre après nitruration, il se présente en trois zones distinctes, de plus dure (couche superficielle nitrurée) vers le moins dur (cœur non traité).
- L'effet de traitement de nitruration reste superficiel, car les atomes d'azotes se diffusent avec une profondeur étroite et bien limitée.
- Toutes les propriétés mécaniques (dureté, module de Young, limite élastique, résistance à la rupture, ...) de l'acier 42CrMo4 sont améliorées après nitruration.
- La fragilité de l'acier 42CrMo4 augmente après nitruration.

L'acier 42CrMo4 nitruré est le résultat d'une couche superficielle nitrurée (dure et fragile) reposant sur un métal de base (tendre et ductile).