



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des Sciences et de la Technologie
département de Génie Mécanique

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Techniques

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Métallurgie

Réf. : Entrez la référence du document

Présenté et soutenu par :
Salah BOURABAH

Le : mardi 9 juillet 2019

Etude de l'effet de nitruration gazeuse sur les aciers rapides

Jury :

Dr.	Lamine BACI	MCB	Université de Biskra	Président
Dr.	Abdelhakim BEGGAR	MCB	Université de Biskra	Examineur
M.	Moussa ATHMANI	MAA	Université de Biskra	Rapporteur

DÉDICACE

À mes parents...
(Baraka allahou fikoum)

REMERCIEMENTS

Je remercie particulièrement et chaleureusement le Mr. Moussa ATHMANI, qui a assuré l'encadrement de ma mémoire au quotidien. Je tiens à lui exprimer toute ma reconnaissance pour sa disponibilité et sa patience.

Je remercie respectueusement messieurs les membres de jury qui ont accepté de juger ce travail. Dr. Lamine BACI, Dr. Abdelhakim BEGGAR.

Je remercie aussi Dr. Lahcen MEBARKI, pour ses conseils et son aide.

Mes remerciements s'adressent aussi à tous les enseignants du Filière de Métallurgie qui ont participé à ma formation.

Je remercie également Mr. TRIR Boubaker, pour son accueil au Laboratoire de métallurgie à l'université de Biskra.

Il me reste encore quelques remerciements, et non des moindres, à adresser à tous mes collègues, et souvent amis, qui m'ont aidé et soutenu, tant à Ramzi MOUSSAR, Aissa AMRAN, Ismail BOURABAH, Kalthoum GUEMIDA.

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1	Composition chimique des principales nuances d'aciers rapides normalisées.	11
Tableau I.2	Comparaison des caractéristiques d'emploi des nuances les plus courantes d'aciers rapides.	12
Tableau I.3	Eléments de comparaison des procédés de nitruration.	30
Tableau I.4	Caractéristiques cristallographiques des phases du système fer – azote.	32
Tableau III.1	Composition chimique de l'acier d'étude et l'acier AISI M2	54
Tableau III.2	L'analyse chimique par EDS des deux précipités (1) et (2).	57

LISTE DES FIGURES

Figure I.1	Dureté de quelques aciers rapides surcarburés en fonction de la température.	10
Figure I.2	Evolution de la dureté en fonction de la température de revenu pour quelques nuances d'aciers à outils de travail à chaud.	13
Figure I.3	Evolution de la ténacité en fonction de la température de quelques aciers à outils.	14
Figure I.4	Les modes principaux des traitements thermiques.	17
Figure I.5	Diagramme de transformation isotherme d'un acier 35CrMo4.	19
Figure I.6	Schéma illustrant les distorsions subies par un cylindre arbré au cours d'un maintien à haute température, à l'état austénitique.	20
Figure I.7	Délimitation des conditions de refroidissement permettant de réaliser une trempe martensitique ou bainito-martensitique.	22
Figure I.8	Différentes structures d'un acier H11 après trempe et revenu.	24
Figure I.9	Four vertical de nitruration.	27
Figure I.10	Diagramme d'équilibre fer – azote.	31
Figure I.11	Structure du nitrure γ Fe ₄ N.	33
Figure I.12	Structure du nitrure ϵ Fe ₂₋₃ N .	34
Figure I.13	Micrographie optique de la surface nitrurée de l'acier 33CrMoV12-9 $t_n = 50$ h $T_n = 520^\circ\text{C}$ $K_n = 3,65$.	35

Figure II.1	spectromètre à fluorescence X.	41
Figure II.2	la machine de cisailage des métaux.	42
Figure II.3	Polisseuse PHOENIX ALPHA.	43
Figure II.4	Four électrique NEBERTHERM.	44
Figure II.5	Cycle de traitement de durcissement par trempe et revenu.	45
Figure II.6	Four industriel de nitruration gazeuse utilisé dans notre étude.	46
Figure II.7	Cycle du traitement de nitruration gazeuse appliqué sur l'acier d'étude.	46
Figure II.8	Microscope optique.	47
Figure II.9-a	Principe du MEB.	48
Figure II.9-b	microscope électronique à balayage.	48
Figure II.10	Diffractomètre des rayons X « RIGAKU »	49
Figure II.11	Duromètre 'Wolpert'.	50
Figure III.1	Microstructure de l'acier d'étude après trempé te revenu, X500.	55
Figure III.2	Micrographie MEB de l'acier étudié après traitement trempe et revenu.	56
Figure III.3	spectres des analyses chimiques obtenus par EDS des précipités. a) Précipité (1), b) précipité (2).	58

Figure III.4	Spectre des rayons X de l'acier d'étude après trempe et revenu.	59
<hr/>		
Figure III.5	Micrographies optiques de l'acier rapide M2 après nitruration gazeuse , a) 2h, b) 4h, c) 6h ; X500.	62
<hr/>		
Figure III.6	Diffractogramme de l'échantillon NG2.	64
<hr/>		
Figure III.7	Diffractogramme de l'échantillon NG4.	64
<hr/>		
Figure III.8	Diffractogramme de l'échantillon NG6.	65
<hr/>		
Figure III.9	Profil de microdureté en fonction du temps de maintien.	67
<hr/>		

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	2
CHAPITRE I: ETUDE THEORIQUE	
I. LES ACIERS A OUTILS	5
I.1. Introduction	5
I.2 Classification	5
I.2.1 Les aciers à outils non alliés pour travail à froid	6
I.2.2 Les aciers à outils alliés pour travail à froid	6
I.2.3 Les aciers à outils alliés pour travail à chaud	7
I.2.4. Les aciers rapides	7
I.3. Propriétés des aciers à outils	12
I.4. Composition chimique	14
II. LES TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS À OUTILS	16
II.1 Introduction	16
II.2. Traitement de durcissement par trempe	17
II.2.1 Austénitisation	18
II.2.2. La trempe	21
II.2.3 Le revenu	23
II.2.4. Recuit	24
III LA NITRURATION	25
III.1 Introduction	25
III.2. Principe et procédés de la nitruration	25
III.2.1. Principe	25
III.2.2. Procédés de la nitruration	25
III.2.2.1. Nitruration en bain de sels	25
III.2.2.2. La nitruration ionique (assistée par plasma)	26
III.2.2.3. La nitruration gazeuse	26
III.2.2.4. Autres techniques de nitruration	29
III.2.2.5. Comparaison des divers procédés	29
III.3. Mécanismes de formation des couches nitrurées	30
III.3.1. Structure et microstructure des aciers nitrurés	32
III.3.1.1. Couches de combinaison (couche blanche)	33

III.3.1.2.La couche de diffusion	34
III.3.1.3.La solution solide d'insertion d'azote	34
III.3.2.Microstructures des couches nitrurées	35
III.3.3.Aciers pour nitruration	35
Références bibliographiques	37
CHAPITRE II: MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	
II.1. Introduction	41
II.2. Composition chimique	41
II.3. Matériaux étudiés	41
II.4. Préparation des échantillons	41
II.4. 1.Découpage à froid	42
II.4. 2. Polissage	42
II.4. 3. L'attaque chimique	43
II.5. Traitements thermiques	43
II.5.1. Trempe	44
II.5.2. Revenus	44
II.6. Traitement de nitruration gazeuse	45
II.7.Caractérisations microstructurale et mécanique	47
II.7.1. Etude microstructurale	47
II.7.1.1. Microscopie optique	47
II.7.1.2. Microscopie électronique à balayage	47
II.7.1.3. Détermination des phases en présence par diffraction des Rayons-X	48
II.7.2. Propriétés mécaniques	50
II.7.2.1. Microdureté	50
Références bibliographiques	52
CHAPITRE III: RESULTATS ET INTERPRETATION	
III.1. Introduction	54
III.2. Matériau	54
III.3. PREMIERE PARTIE : Trempe et Revenu	55
III.3.1. Caractérisation métallographique	55
III.3.2. Caractérisation par diffraction des rayons X	59
III.3.3 Propriétés mécaniques	60

III.4. DEUXIEME PARTIE : Nitruration gazeuse	61
III.4.1. Caractérisation métallographique	61
III.4.2. Caractérisation par diffraction des rayons X	63
III.5. Propriétés mécaniques	66
III.5.1. Microdureté	66
CONCLUSION GENERALE	69
Références bibliographiques	72

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

En 1899 et 1900, Taylor et Maunsel White commencent une série d'expériences pour augmenter la dureté des aciers à outils auto-trempants. Ils constatent que certains aciers préalablement chauffés à une température proche de leur point de fusion donnent un métal plus dur. La dureté est en outre conservée à haute température, jusqu'à ce que le métal soit chauffé au rouge. Ces aciers auto-trempants sont les premiers aciers à coupe rapide.

La production des premiers aciers rapides modernes commence aux États-Unis en 1910 (acier T1 -norme AISI-). Ces aciers se caractérisaient par une teneur importante en tungstène.

Les aciers rapides sont généralement utilisés pour leurs propriétés de dureté élevées (> 60 HRC) et leur niveau de ténacité acceptable (propriété d'un matériau à résister à la propagation de fissures). Ils présentent en général une forte résistance à l'usure du fait de leur fort alliage et de la présence significative d'éléments producteurs de carbures durs tels que le tungstène et le vanadium. Utilisés dans plusieurs applications industrielles, principalement pour les outils de coupe et les matrices de formage.

Les traitements superficiels sont mis en œuvre industriellement dans le but d'améliorer la résistance à l'usure et /ou à la fatigue des aciers. Parmi eux, les traitements de durcissement superficiel tels que la cémentation et la nitruration sont largement employés.

Parmi ces procédés, La nitruration est un traitement thermo-chimique de surface des aciers qui grâce à la diffusion de l'azote entraîne une forte augmentation des propriétés mécaniques superficielles (résistance à la fatigue, à l'usure, à la fissuration et à la corrosion). La diffusion de l'azote dans le matériau entraîne des transformations de phases importantes induisant des déformations des pièces après le traitement de nitruration. L'augmentation des propriétés mécaniques est induite par l'augmentation du durcissement superficiel et le développement de contraintes résiduelles de compression.

L'objectif de notre travail est d'étudier l'influence du temps maintien dans un traitement thermo-chimique de nitruration gazeuse appliqué sur un acier rapide de type AISI M2.

Ce mémoire s'articule sur trois chapitres.

Le premier sera consacré à des rappels théoriques sur les principales familles des aciers à outils et leur classification, leurs traitements thermiques, différents procédés des traitements de nitruration, le principe de la nitruration gazeuse.

Dans le deuxième chapitre, est consacré à la présentation des matériaux et techniques d'investigation utilisées,

Le dernier chapitre, présente les différents résultats obtenus ainsi que leurs discussions,

Les principaux résultats seront portés dans une conclusion générale.

Chapitre I

Etude bibliographique

I.1. Introduction

Les aciers à outils sont utilisés, comme leur nom l'indique, dans tous les problèmes de mise en forme des matériaux au sens le plus large. Il peut s'agir d'opérations d'usinage (tournage, perçage, fraisage...) de mise en forme à froid et à chaud (poinçons, matrices, cylindres de laminaires), de moulage (alliages légers, alliages de zinc, plastiques renforcés ou non par des fibres), de filage et d'extrusion (alliages légers, plastiques...). Les aciers à outils font partie intégrante du domaine des aciers spéciaux, mais ils diffèrent sensiblement des aciers de construction mécanique, tant par les conditions de leur utilisation que par les critères d'emploi qui servent à les définir. En effet, dans le cas d'un outil de qualité, on recherche le maximum de durée, sans fixer de limite supérieure, alors que l'acier de construction mécanique doit présenter une aptitude suffisante à l'emploi avec des caractéristiques spécifiques bien déterminées comme la tenue à la fatigue, la résistance à la rupture brutale, l'aptitude à subir un cycle thermomécanique au cours de la mise en œuvre et l'usinabilité. Par ailleurs, l'outil est sollicité dans la plupart des cas au niveau de sa surface qui doit supporter les contraintes les plus sévères alors que les sollicitations d'un acier de construction intéressent l'ensemble du matériau [1]. De ce fait, ces aciers sont caractérisés par une dureté élevée, une bonne résistance à l'usure et une ténacité assez élevée [2].

I.2 Classification

La propriété essentielle d'un acier à outil est la dureté qui exprime la résistance du matériau à l'enfoncement ou à la déformation. Cette propriété doit être atteinte soit à la température ambiante, soit le plus souvent à chaud avec des maintiens sous charge souvent prolongés. Suivant la composition chimique de l'acier, des niveaux de duretés compris entre 40 et 70 HRC peuvent être obtenus après un traitement thermique de trempe et un revenu.

Dans la mesure où les phénomènes de contact avec les matériaux mis en forme par déformation à froid ou à chaud ou par usinage peuvent entraîner des échauffements importants, il est nécessaire l'acier constituant l'outillage ait en plus une résistance à chaud suffisante pour éviter un adoucissement trop important en service.

C'est cette dernière propriété qui permet de classer les aciers à outils en quatre groupes conformément à la norme ISO/DIS 4957 qui a remplacé la norme NF A 35590. Cette norme s'applique à toutes les normes de produits laminés à chaud ou à

froid, forgés ou étirés, et ne prend en compte que les aciers ont acquis une certaine renommée internationale. Elle désigne les aciers à outils suivent quatre groupes différents:

- les aciers non alliés pour travail à froid,
- les aciers alliés pour travail à froid (température de surface inférieur à 200°C),
- les aciers alliés pour travail à chaud (température de surface supérieur à 200 °C),
- les aciers rapides (température de surface peuvent atteindre, voire dépasser 600 °C).

Comparativement à la norme ISO/DIS 4957, la désignation américaine fait appel à des lettres qui rappellent, soit les propriétés d'emploi (H pour chaud), soit la composition chimique (T et M pour les aciers contenant du tungstène ou du molybdène), soit les propriétés de mise en œuvre (W pour trempant à l'eau, O pour trempant à l'huile et A pour trempant à l'air).

I.2.1 Les aciers à outils non alliés pour travail à froid

C'est les plus simple puisqu'ils ne contiennent que du fer et du carbone (0,45 à 1,2 %), les autres éléments y étant présents en teneurs résiduelles variables selon les matières premières et le mode d'élaboration utilisés. A teneur en carbone égales, ces aciers acquièrent après trempe des duretés aussi élevées que celles des aciers alliés. Ils diffèrent cependant de ces derniers, par une trempabilité plus faible, ce qui limite leur emploi à des pièces de sections relativement étroites. Leur trempabilité limitée conduit également à l'emploi de moyens de trempe énergiques : eau pure ou salée, et plus rarement pour des pièces de faible section, l'huile [3]. En contrepartie, les aciers au carbone sont moins durs à l'état recuit et présente de ce fait, une usinabilité et une aptitude de formage à froid bien meilleure [4].

I.2.2 Les aciers à outils alliés pour travail à froid

Ces aciers dont la dureté à la température ambiante est supérieure à 50 HRC, mais avec un abaissement sensible au-dessus de 300 °C, peuvent être divisés en quatre groupes, selon les propriétés d'emploi requis :

I.2.2.1 Les aciers résistants aux chocs mécaniques, caractérisés par des teneurs en carbone compris entre 0,35 et 0,6 % et des additions de chrome, de silicium, de nickel ou de tungstène (50WCrV8, 45NiCrMo16, 35CrMo7);

I.2.2.2 Les aciers résistants à l'usure, caractérisés par des teneurs en carbone supérieurs à 0,9 %, avec des additions de manganèse, de chrome et de vanadium (105V, 99Cr6, 90MnCrV8, 95MnWCr5);

I.2.2.3 Les aciers à très haute résistance à l'usure, caractérisés par des teneurs en carbone supérieures à 0,9 % et des teneurs importantes en chrome, en molybdène et en vanadium (X100CrMoV8, X153CrMoV12, X210Cr12, X210CrW12);

I.2.2.4 Les aciers résistant à la corrosion, caractérisés par des additions importantes de chrome et des teneurs en carbone voisines de 0,4 % (X40Cr14, X38CrMo16).

I.2.3 Les aciers à outils alliés pour travail à chaud

Ils sont caractérisés par une dureté à la température ambiante relativement élevée, comprise entre 40 et 56 HRC, et par une bonne dureté à chaud.

Ces aciers sont répartis en trois groupes:

I.2.3.1 Les aciers résistants aux chocs mécaniques

Ils sont analogues aux aciers de construction à hautes caractéristiques, mais avec une teneur en carbone plus élevée et une addition de vanadium pour augmenter la résistance au revenu (55NiCrMoV7, 50CrMoV13-15).

I.2.3.2 Les aciers résistants aux chocs thermiques

Ils sont centrés sur les compositions chimiques à 3 et 5 % de chrome, avec addition de molybdène, de tungstène, de vanadium, éventuellement de cobalt pour augmenter les propriétés mécaniques à chaud (32CrMoV12-28, X37CrMoV5-3, X38CrMoV5-1, X35CrWmoV5);

I.2.3.3 Les aciers résistants à l'usure aux températures élevées

Ils comportent des nuances à forte addition de tungstène, de chrome, de molybdène et de cobalt afin d'augmenter la pénétration de trempe et le niveau de caractéristiques mécaniques [3]. La présence de ces éléments en teneurs élevées contribue à un meilleur comportement à chaud de ces aciers, qui conservent ainsi aux températures de service des valeurs élevées de dureté et de résistance à l'usure ainsi qu'au fluage. La résistance à l'adoucissement au revenu s'en trouve également améliorée. Ces avantages comportent, en contrepartie, une moins bonne tenue aux chocs mécaniques ou thermiques. La nécessité d'appliquer des températures de trempe élevées implique la prise en considération de grandes précautions quant au réchauffage de trempe, et au non refroidissement à l'eau des outillages ainsi chauffés [4] (X30WCrV9-3, 38CrCoWV18-17-17) [3].

I.2.4. Les aciers rapides

I.2.4.1. Historique

Le mérite de l'invention des aciers rapides revient aux Américains Taylor et Whites en 1903[5].

En 1907, Taylor a signalé que le meilleur acier rapide contient 18,91% de tungstène, 0,23% de vanadium, 5,47% de chrome et 0,67% de carbone. Cela a conduit au développement de ce qui était considéré comme l'acier rapide standard pendant de nombreuses années, contenant 18% de tungstène, 4% de chrome et 1% de vanadium, ou quoi est maintenant connu comme l'acier rapide T1 [6,7].

I.2.4.2.définition

Ces aciers sont caractérisés par une très grande dureté supérieure à 60 HRC à la température ambiante et par une très bonne dureté à chaud. Leur composition chimique comporte plus de 0,7 % de carbone et des éléments susceptibles de former des carbures : 4 % de chrome dans tous les cas, du tungstène, du molybdène et de vanadium en proportion variables, éventuellement du cobalt pour améliorer les propriétés à chaud [8].

L'utilisation des aciers de coupe par rapport aux aciers à outils ordinaires, permet d'augmenter sensiblement la vitesse de coupe de 2 à 4 fois et la tenue de l'outil de 10 à 30 fois.

L'élément d'alliage principal est le tungstène. Plus la teneur en tungstène est élevée, plus les qualités de coupe de ces aciers sont meilleures et ceci jusqu'à environ 23%. Au delà de cette teneur, le tungstène semble n'avoir aucun effet.

Les teneurs en chrome sont en général, de l'ordre de 4 à 4,5 %. Le molybdène peut remplacer le tungstène et la tenue à chaud de ces aciers s'améliore en présence de vanadium et de cobalt.

Les aciers rapides contiennent des carbures lédéburitiques. A l'état recuit, ils sont constitués de ferrite alliée et de carbures de type M_6C , $M_{23}C_6$, MC , M_3C dont le principal acier dans les aciers rapides est le M_6C , la ferrite comporte la plus grande partie dissoute de chrome.

La structure d'un acier moulé comporte un eutectique complexe qui ressemble à la lédéburite et qui se dépose aux joints de grains.

Pour assurer une bonne tenue à chaud, les outils rapides sont soumis à une trempe de 1200 à 1300°C pour avoir une meilleure dissolution des carbures secondaires, et obtenir au chauffage, de l'austénite hautement alliée au Cr, W, Mo, et V. Ceci assure, après trempe, une structure martensitique à haute stabilité, donc une bonne tenue à chaud. La trempe est suivie d'un revenu multiple à haute température [9].

I.2.4.3. Les nuances des aciers rapides

Ces aciers peuvent être classés suivant l'élément de l'alliage dominant en :

I.2.4.3.1. Aciers rapides au tungstène

Le tungstène a été le premier élément d'addition principal utilisé. L'acier de base HS 18-0-1 a été longtemps le plus employé. C'est en 1912 que l'Allemand Becker proposa l'addition de 5 % de cobalt et créa la nuance HS 18-1-1-5. Le rôle du cobalt est de stabiliser les carbures à chaud. La dureté à chaud s'en trouve donc améliorée et, par conséquent, la capacité à supporter les vitesses de coupe plus élevée.

I.2.4.3.2. Aciers rapides au molybdène

Bien que découverts vers 1910, les aciers rapides au molybdène n'ont connu leur développement qu'à partir de 1945, en raison de la pénurie de tungstène durant la seconde guerre mondiale.

Ce développement tardif est dû au risque de décarburation et de démolybdénisation de ces aciers, tant au cours de leur fabrication qu'au cours des traitements thermiques, ainsi qu'à leur susceptibilité à la surchauffe due à un domaine de température d'austénitisation très étroit.

Alors que les aciers rapides au tungstène peuvent être traités dans des fours à air, les aciers rapides au molybdène nécessitent des traitements thermiques en bains de sel ou en four sous vide.

Les avantages des aciers rapides au molybdène par rapport à ceux au tungstène sont importants :

- le molybdène est plus abondant dans la nature que le tungstène;
- le molybdène a une influence double de celle du tungstène sur les capacités de coupe de l'acier : 1 % de molybdène remplace 2 % de tungstène;
- il est possible d'obtenir des duretés plus élevées avec les aciers au molybdène et, à dureté égale, leur résistance aux chocs est supérieure à celle des aciers au tungstène;
- le prix de revient des aciers au molybdène est sensiblement inférieur à celui des aciers au tungstène.

La nuance HS 2-9-1-8 est, actuellement la plus employée des nuances d'aciers rapides à l'exception des outils pour opérations axiales (foret, taraud) pour lesquels la nuance HS 6-5-2-5 est également très employée.

I.2.4.3.3. Aciers rapides surcarburés

Les aciers rapides surcarburés, c'est-à-dire ceux dont la teneur en carbone est

supérieure à 1 %, permettent d'obtenir des duretés allant jusqu'à 70 HRC soit environ 1035 HV (**figure I.1**). La limite de dureté des matériaux usinables a par suite été reculée. C'est ainsi que l'on peut usiner des aciers jusqu'à 52 HRC (soit environ 550 HV).

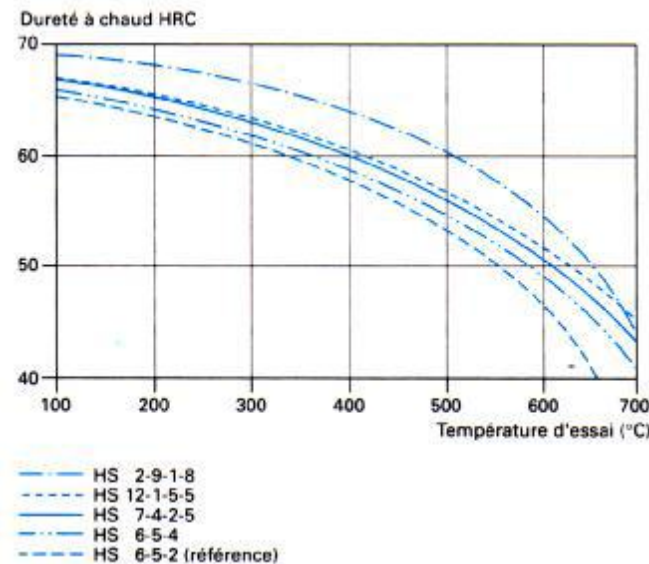


Figure I.1. Dureté de quelques aciers rapides surcarburés en fonction de la température [1].

Parmi les nuances d'aciers rapides surcarburés les plus employées, citons :

HS 6-5-4 ou M4 (AISI)

HS 7-4-2-5 ou M41 (AISI)

HS 2-9-1-8 ou M42 (AISI)

HS 12-1-5-5 ou T15 (AISI)

I.2.4.3.4. Les aciers surcarburés au cobalt

Caractérisés par de hautes teneurs en carbone et en vanadium, avec des additions de cobalt pouvant atteindre 10 % (HS 6-5-3-8) [3].

I.2.4.3.5. Aciers rapides spéciaux au cobalt

Ce sont des aciers rapides qui contiennent, en plus de la teneur moyenne, environ entre 2 et 15 % Co. Ils sont destinés à être utilisés dans des conditions de travail très sévères.

- Usinage de métaux durs (aciers traités, fontes trempes).
- Vitesses de coupes très élevées (tours automatiques, tours à barres).
- Section du copeau forte (dégrossissage, rabotage).

I.2.4.3.6. Aciers rapides courants

Ces Aciers sont aussi appelés ‘‘aciers 18-4-1’’ et ils contiennent environ 18 % W, 4 % Cr, 1 % V. Ils sont employés pour les outils coupants à grande vitesse (forets, tarauds, alésoirs, ...), ainsi que pour le petit outillage demandant une grande résistance à l’usure à chaud et sans chocs thermiques (matrices spéciales, filières,..).

I.2.4.3.7. Aciers extra-rapides

Ces aciers contiennent en moyenne 18 % W, 4 % Cr, 1 % Mo et 2 % V. Ils sont utilisés pour outils de finition devant présenter des arêtes aiguës et une grande constante de profil (peignes à fileter les tubes, fraises, broches, alésoirs, ...).

I.2.4.3.8. Aciers au molybdène-cobalt

Ce sont des aciers à coupe rapide; de dureté exceptionnelle (59 à 70) HRC, permettant d’usiner les alliages à haute résistance massique et les alliages réfractaires.

Le **tableau I.1** fournit les compositions chimiques moyennes des principales nuances d’aciers rapides normalisées en France [10].

Tableau I.1. Composition chimique des principales nuances d’aciers rapides normalisées.

Désignation de la nuance	Composition chimique (%)						
	AISI	C	Cr	W	Mo	V	Co
Aciers de base							
HS 18-0-1	T1	0,80	4	18		1,1	
HS 6-5-2	M2	0,85	4	6	5	2	
HS 2-8-1	M1	0,85	4	2	8	1,2	
HS 2-9-2	M7	1,00	4	2	9	2	
Aciers surcarburés							
HS 6-5-3	M3 type2	1,20	4	6	5	3	
HS 6-5-4	M4	1,30	4,5	6	5	4	
Aciers au cobalt							
HS 18-1-1-5	T4	0,80	4	18	0,8	1,3	5
HS 18-0-2-10	T5	0,80	4	18		1,5	10
HS 6-5-2-5	M35	0,85	4	6	5	2	5
Aciers au cobalt à haute teneur en carbone							
HS 7-4-2-5	M41	1,10	4	7	4	2	5
HS 2-9-1-8	M42	1,10	4	1,6	9	1,1	8
Aciers sur carburés au cobalt							
HS 12-1-5-5	T15	1,60	4,5	12	0,8	5	5
HS 10-4-3-10	-	1,30	4	9,5	3,6	3,2	10
HS 7-6-3-12	M44	1,30	4	7	6	3,2	12

Le tableau I.2 compare les propriétés d'emploi des nuances d'aciers rapides les plus courantes. Avec l'aide du tableau 1, on observe l'influence sur les propriétés de l'acier des divers éléments d'alliage, notamment du cobalt et du vanadium [10].

Tableau I.2. Comparaison des caractéristiques d'emploi des nuances les plus courantes d'aciers rapides.

Désignation de la nuance (en 10027-1)	Résistance à l'usure	Ténacité	Dureté à chaud	Aptitude au meulage
HS 6-5-2	5	7	4	8
HS 6-5-4	8	5	7	2
HS 6-5-2-5	5	5	7	6
HS 2-9-1-8	8,5	5	9	5,5
HS 18-0-1	4	6,5	4	8
HS 18-1-1-5	5	4	7	6
HS 12-1-5-5	9	2,5	8	1
La caractéristique considérée est notée de 1 (médiocre) à 10 (excellente).				

I.3 Propriétés des aciers à outils

I.3.1. La dureté

Il faut que la dureté soit élevée si l'on veut éviter que des déformations ne se produisent en service, et si l'on veut doter l'acier d'une bonne résistance à l'enfoncement. Par ailleurs, l'acier doit souvent faire preuve d'une dureté suffisante à chaud (jusqu'à 600°C). A titre d'exemple, la Figure I.2 on présente la variation de la dureté en fonction de la température de revenu pour quelques aciers à outils [11].

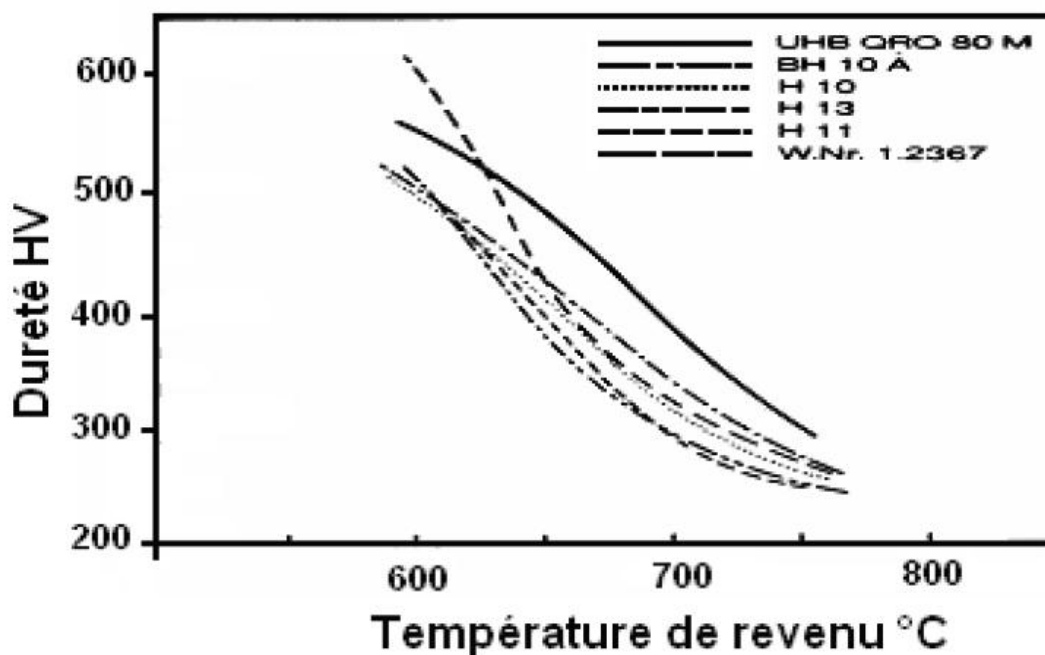


Figure I.2. Evolution de la dureté en fonction de la température de revenu pour quelques nuances d'aciers à outils de travail à chaud [4].

I.3.2. La trempabilité

Les outils doivent avoir des propriétés homogènes ; pour les pièces massives, ils doivent présenter une bonne trempabilité. Un grand pouvoir trempant est également nécessaire si l'on veut éviter que des déformations en cours de traitement ou en cours d'utilisation n'apparaissent.

I.3.3. La tenue à chaud

La tenue à chaud est essentielle dans beaucoup de cas d'outils de coupe rapide, moules, filières d'extrusion, matrice de forgeage, ... etc. En plus de la dureté, la tenue à chaud doit reposer sur de bonnes propriétés mécaniques, une bonne résistance au fluage et une excellente résistance à l'oxydation.

I.3.4. La ténacité

Les cadences de fabrication étant de plus en plus élevées, il faut que les aciers à outils résistent bien aux chocs, sans se briser ni s'écailler. La Figure I.3 représente l'évolution de la ténacité de quelques aciers à outils en fonction de la température.

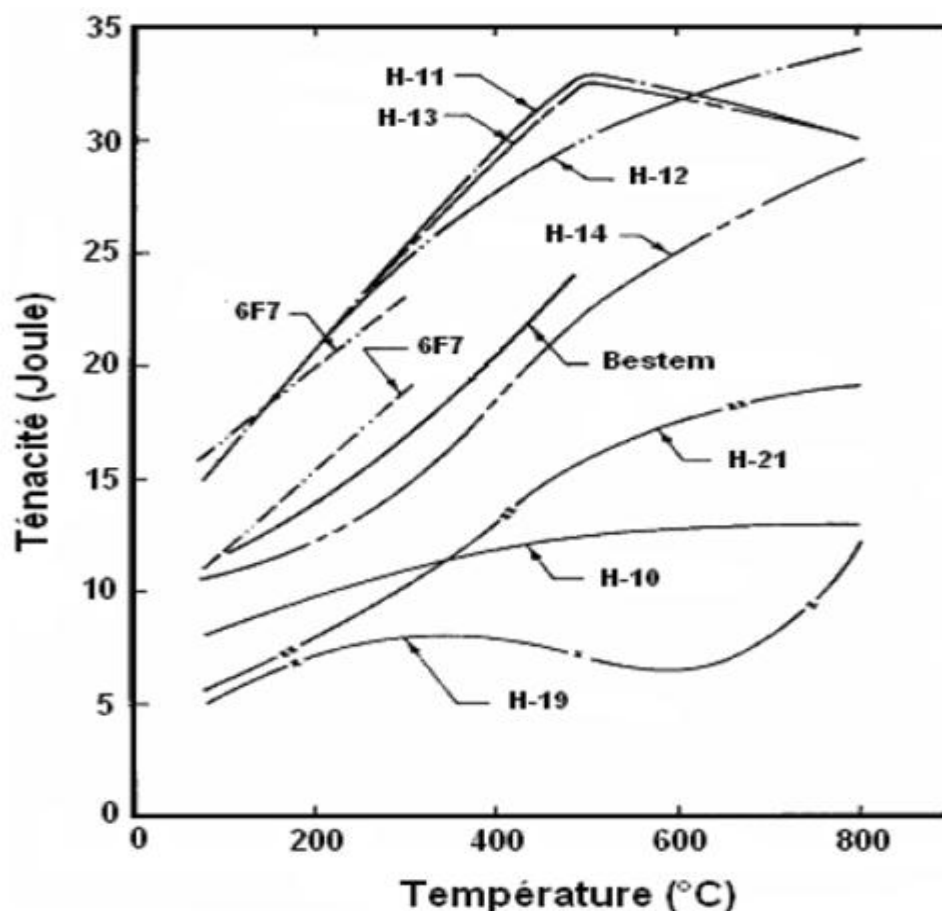


Figure I.3. Evolution de la ténacité en fonction de la température de quelques aciers à outils [4].

I.3.5. La résistance à l'usure

Les outils (de coupe ou de mise en forme) sont en continuel frottement avec les pièces qu'ils servent à fabriquer, ainsi, ils doivent conserver leur tranchant et leur géométrie le plus longtemps possible. En l'occurrence, ils doivent présenter une bonne résistance à l'usure [11].

I.3.6. La résistance aux chocs thermiques

Plusieurs types d'outils sont soumis à des chocs thermiques sévères et nombreux, auxquels ils doivent résister sans se déformer ni se fissurer [11].

I.4. Composition chimique

L'obtention de caractéristiques mécaniques que requièrent les aciers d'outillages nécessite l'ajout à l'acier de base d'un certain nombre d'éléments d'alliage carburigènes (chrome, tungstène, molybdène, vanadium) afin d'obtenir des carbures spéciaux aussi bien après l'élaboration et les transformations à chaud (carbures primaires) qu'après traitement thermique (carbures secondaires). A ces éléments d'alliages constituant la

base des aciers à outils peuvent également s'ajouter d'autres éléments pour améliorer telle ou telle propriété fonctionnelle [3].

I.4.1. Le Carbone

C'est l'élément essentiel de durcissement de l'acier. Au-delà de 0,6 % de carbone, on atteint la zone des aciers à outils caractérisée par un haut niveau de dureté correspond au domaine des aciers de travail à froid et des aciers à coupe rapide. Il faut noter que l'augmentation de la teneur en carbone conduit à l'abaissement de la température du liquidus et du solidus réduisant ainsi les domaines de température correspondant à la transformation à chaud et au traitement thermique [1].

I.4.2. Le Chrome

Cet élément est utilisé dans la plupart des aciers à outils, en quantité allant de 0,5 à 17 %. Cet élément alphasène joue un rôle essentiel dans l'augmentation de la trempabilité. Bien qu'ayant un pouvoir carburigène inférieur à celui du tungstène, il forme des carbures du type M_7C_3 qui participent à la résistance à l'abrasion et s'opposent au grossissement du grain lors de l'austénitisation [1].

I.4.3. Le Tungstène

Il a été l'un des éléments d'alliage les plus employés dans le domaine des aciers à outils en raison de son pouvoir carburigène très important donnant naissance à des carbures de haute dureté ce qui confèrent aux aciers une grande résistance à l'usure. De plus, favorise le durcissement secondaire [1].

I.4.4 Le Molybdène

Cet élément a un comportement analogue à celui du tungstène. Cependant, sa diffusivité dans le fer est quatre fois supérieure à celle du tungstène, ce qui entraîne une moins grande sensibilité de cet élément au phénomène de ségrégation. Les aciers au molybdène présentent, par rapport aux aciers au tungstène, un certain nombre d'avantages (meilleure ductilité et densité plus faible; mise en solution plus facile des carbures de molybdène) et d'inconvénients (plus grande sensibilité à la décarburation et au phénomène d'oxydation catastrophique pour des maintiens entre 1000 et 1100 °C, plus grande sensibilité au phénomène de surchauffe, d'où réduction de la fourchette de température de trempe [1]).

I.4.5 Le cobalt

Il améliore les propriétés à chaud et la ténacité des oxydes formés en service,

I.4.6 Le manganèse et le nickel

Ils augmentent la trempabilité des aciers à outils. Le nickel a un effet favorable sur la résistance aux chocs mécaniques, ainsi que son influence plutôt défavorable sur la résistance au revenu.

I.4.7 Le silicium

Il contribue à l'amélioration des propriétés élastiques, notamment pour les emplois à des températures inférieures à 300 °C, et qui améliore la pénétration de trempe par effet de synergie notamment avec le molybdène,

I.4.8 Le soufre

Qui peut être ajouté pour améliorer les propriétés d'aptitude à l'usinage [3]. D'autres éléments d'alliage présentent un aspect plus prospectif, comme l'azote qui est ajouté au moment de l'élaboration soit par l'intermédiaire de ferroalliages nitrurés, soit par coulée sous laitier avec mise sous pression à 4 bars pour faciliter son insertion. Ajouter en substitution partielle au carbone, l'azote entraîne une amélioration des propriétés mécaniques à chaud et de la résistance à la corrosion d'acier à outils contenant des teneurs en chrome égales 12% au minimum. Par contre, il abaisse la résistance aux chocs, l'aptitude à l'usinage par des moyens comme l'électroérosion, ainsi que l'aptitude au soudage [3].

II. LES TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS À OUTILS

II.1 Introduction

Les traitements thermiques sont des opérations de chauffage et maintien, suivies d'un refroidissement, et qui ont pour but de donner à une pièce mécanique les propriétés les plus convenables, pour son emploi ou sa mise en forme. Pour but :

a. D'améliorer les caractéristiques des matériaux et rendre ceux-ci plus favorables à un emploi donné, à partir des modifications suivantes :

- Augmentation de la résistance à la rupture et de la limite élastique R_m , R_e , A % en donnant une meilleure tenue de l'élément.
- Augmentation de la dureté, permettant à des pièces de mieux résister à l'usure ou aux chocs [9].

Les modes principaux de traitement thermique qui modifient de diverses manières la structure et les propriétés d'un acier par des opérations de chauffage jusqu'à une

certaine température, de maintien à cette température, et suivies d'un refroidissement à une vitesse plus ou moins accélérée sont :

- Le recuit.
- La trempe.
- Le revenu.

Les principaux facteurs qui permettent de distinguer entre les différents types de traitements thermiques sont la température de maintien et la vitesse de refroidissement.

La figure 4 représente Les modes principaux de traitement thermique [13,14] :

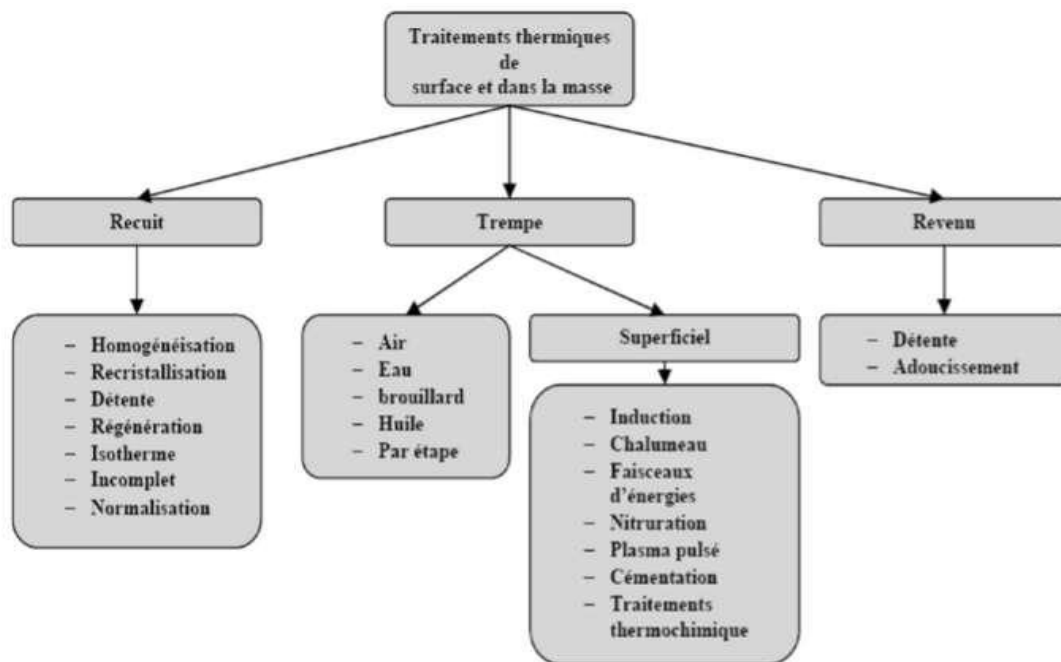


Figure I.4. Les modes principaux des traitements thermiques.

II.2. Traitement de durcissement par trempe

La possibilité de faire subir à un acier un durcissement par trempe est soumise à deux conditions métallurgique et thermique;

* Condition métallurgique:

- Existence d'un domaine austénitique γ sur le diagramme d'équilibre, de manière à pouvoir austénitiser l'acier on le portant à une température convenable;
- Existence de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ sur le diagramme d'équilibre: la ferrite est la phase la plus stable à température ambiante [15].

***Condition thermique :**

Possibilité de refroidir l'acier à une vitesse suffisante à partir de l'état initial (austénitique) de manière à provoquer la formation des constituants hors équilibre recherchés [8]. Ce mode de durcissement comporte en général les étapes suivantes : austénitisation, trempe et revenu [2].

II.2.1 Austénitisation

L'austénitisation a pour objet de mettre en solution le carbone et, éventuellement, les éléments d'alliage précipités sous forme de carbures. Pour ce faire, il est nécessaire de se placer dans les conditions où le carbone est soluble dans le fer c'est-à-dire de provoquer, par chauffage, la transformation du fer α en fer γ . L'examen des diagrammes d'équilibre montre que les carbures précipités après solidification ou formage à chaud peuvent être de la cémentite (dans les aciers non alliés), de la cémentite substituée (dans les aciers peu alliés) ou être formés à partir d'éléments carburigènes (dans les aciers alliés) et qu'alors leurs conditions de mise en solution sont généralement fort différentes [16].

L'austénitisation comporte deux étapes :

- un chauffage jusqu'à la température dite température d'austénitisation (et, de manière incorrecte, température de trempe) ;
- un maintien à cette température.

Les carbures dissous enrichissent la structure austénitique en carbone et en éléments d'alliages. Lors de la trempe ces carbures peuvent précipiter au niveau des joints des grains réduisant ainsi la résistance de l'acier [4]. Généralement, une température d'austénitisation égale à 1050 °C donne lieu à une meilleure dissolution des carbures primaires présents à l'état recuit, notamment celle des carbures de vanadium [17,18].

II.2.1.1. Chauffage

Le chauffage doit permettre de porter l'ensemble de la pièce à la température d'austénitisation. Or, la chaleur étant apportée par transmission à travers sa surface, la température de cette dernière est toujours supérieure à celle du cœur, l'opération s'achevant quand, justement, la différence entre ces deux températures est devenue nulle ou tout au moins inférieure à la tolérance admise [16].

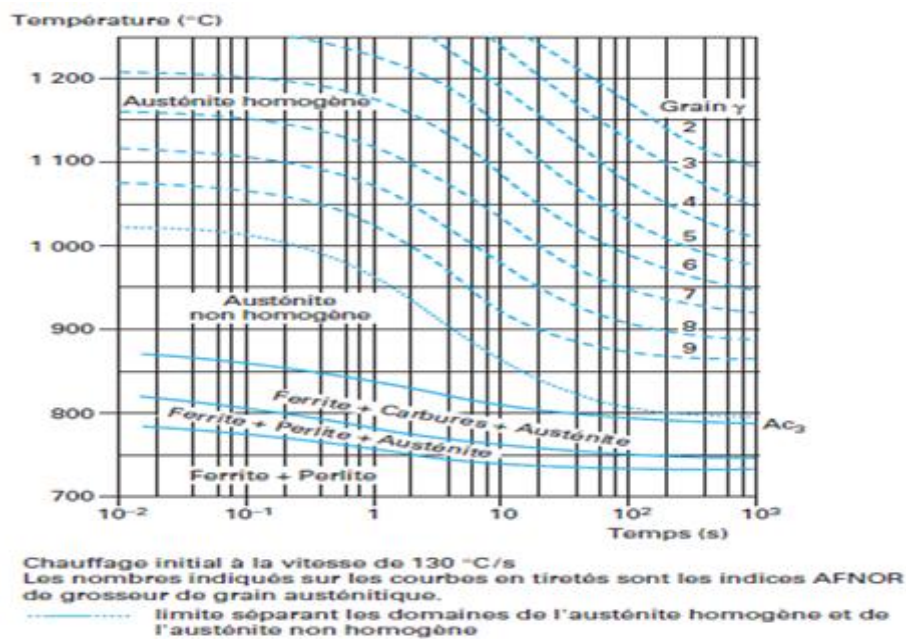


Figure I.5. Diagramme de transformation isotherme d'un acier 35CrMo4 [16].

II.2.1.2. Maintien à la température d'austénitisation

Le maintien à la température d'austénitisation le temps pendant lequel la température de l'ensemble de la pièce est conservée constante et égale à la température d'austénitisation, étant entendu que le chauffage ne s'achève que lorsque la température est uniforme dans toute la section de la pièce (ou lorsque l'écart de température entre peau et cœur est inférieur ou égal à la tolérance admise). Comme le montre la figure I.5, ce maintien a essentiellement pour objet de parfaire l'austénitisation, c'est-à-dire de permettre d'achever la mise en solution des carbures et d'homogénéiser la répartition du carbone dissous. Cette même figure I.5 montre aussi que la durée de ce maintien doit être d'autant plus longue que la température d'austénitisation est plus proche de Ac_3 et, a contrario, que le maintien peut être écourté si l'on adopte une température d'austénitisation plus élevée (tout en la limitant pour éviter le grossissement des grains d'austénite). Étant à l'état austénitique, l'acier n'a plus, à chaud, qu'une limite d'élasticité basse, voire très basse. De ce fait, il est susceptible de se déformer plastiquement sous son propre poids que ce soit par déformation banale ou par fluage. Il est donc indispensable d'éviter ce risque et, pour ce faire, il est nécessaire de bien positionner les pièces et de les soutenir lorsqu'elles sont en porte-à-faux (figure I.6) [16].

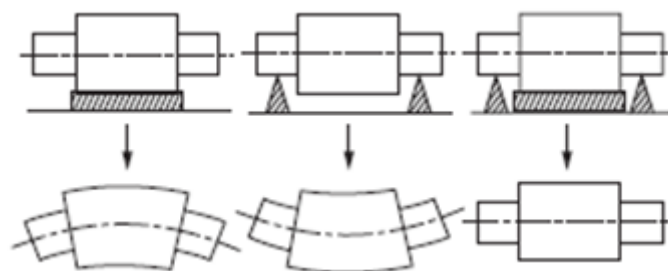


Figure I.6. Schéma illustrant les distorsions subies par un cylindre arbré au cours d'un maintien à haute température, à l'état austénitique.

II.2.1.2.1. Pour les aciers hypoeutectoïdes

L'austénitisation entre $Ac3 + 25\text{ °C}$ et $Ac3 + 50\text{ °C}$ (souvent, lors du traitement des aciers non alliés trempés à l'huile, on relève ces températures de 25 °C environ pour augmenter un peu la trempabilité en provoquant un léger grossissement des grains d'austénite) ; La durée du maintien très souvent définie en fonction de la taille de la pièce chauffée et dans le but de parvenir à une mise en température uniforme. Cette façon de faire découle du choix de température indiqué ci dessus ($Ac3 + 25\text{ °C}$ à 50 °C) ; la durée du maintien nécessaire (maintien qui ne débute que lorsque l'isothermie de la pièce est acquise, à la tolérance près admise dans la pratique pour l'écart de température entre peau et cœur) est alors très courte (quelques minutes suffisent, en général, pour les aciers hypoeutectoïdes non alliés et faiblement alliés). La relation empirique qui peut lier le temps nécessaire pour porter le cœur de la pièce à la température d'austénitisation et l'épaisseur de la pièce est propre à chaque équipement et ne peut donc être généralisée [16].

II.2.1.2.2. Pour les aciers hypereutectoïdes

L'austénitisation vers $Ac1 + 50\text{ °C}$ environ (ce dernier cas est surtout celui des aciers à outils ; la quantité de carbone dissous dans l'austénite est suffisante pour obtenir un durcissement important, on évite le grossissement du grain austénitique, on limite la quantité d'austénite résiduelle subsistant après la trempe et on conserve des carbures non dissous, relativement grossiers, qui concourent à améliorer la résistance à l'usure et à l'abrasion). La durée du maintien surtout définie en fonction de la quantité de carbone que l'on souhaite mettre en solution, puisque l'austénitisation est généralement réalisée à une température comprise entre $Ac1$ et Acm et donc dans le domaine mixte : ferrite + carbures + austénite, en notant toutefois qu'une légère modification de la température d'austénitisation a, dans ce domaine, beaucoup plus d'influence qu'un changement de la durée du maintien. Pour les aciers alliés

contenant des éléments carburigènes, il faut tenir compte des conditions particulières de mise en solution des carbures, qui peuvent obliger à adopter une température d'austénitisation élevée et une durée de maintien assez importante. Dans ce cas, comme dans tous les cas où les informations disponibles sont jugées insuffisantes, on peut procéder à une série d'essais relativement simples qui permettent de définir les conditions optimales d'austénitisation [16].

II.2.2. La trempe

Le refroidissement doit être suffisamment rapide afin d'éviter la transformation de l'austénite en ferrite, perlite et bainite et d'obtenir plutôt une transformation martensitique [3]. Lors de la trempe, le cœur des outils (pièces) subit des vitesses de refroidissement plus lentes que celles de la surface. Ces vitesses sont assez lentes pour produire la structure non martensitique (perlite et bainite) au centre des pièces [4]. Le diagramme TRC de l'acier permet de définir, pour la procédure d'austénitisation correspondante, les conditions de refroidissement qui provoquent la transformation de l'austénite en martensite (ou éventuellement en martensite + bainite); (figure I.7) [19]. La formation des carbures MC et/ou M_7C_3 au cours de la trempe peut jouer un rôle très important dans l'amélioration de la résistance à l'usure en augmentant la dureté de la surface, cependant les carbures de type $M_{23}C_6$ sont moins résistants et tendent à diminuer la résistance au fluage des aciers à outils [20]. La trempe n'est pas un traitement thermique définitif, le plus souvent elle est suivie d'un revenu destiné à diminuer la fragilité et les contraintes internes afin de donner à l'acier les propriétés mécaniques appropriées [9].

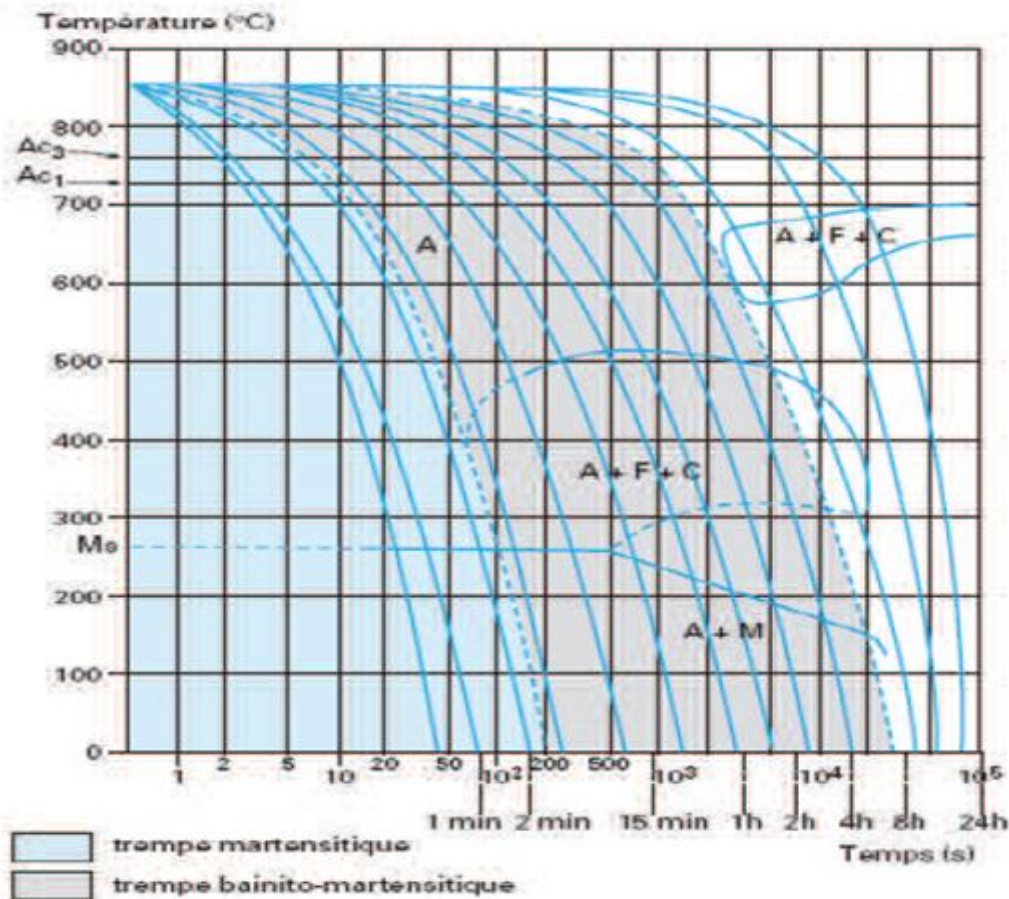


Figure I.7. Délimitation des conditions de refroidissement permettant de réaliser une trempe martensitique ou bainito-martensitique [20].

II.2.2.1. Milieux de trempe

La trempe s'effectue en général soit à l'eau, à l'huile ou à l'air. Le milieu de trempe est choisi surtout en fonction de la trempabilité de l'acier. La nature du bain de trempe (eau, huile, etc.) caractérise la vitesse de refroidissement de la pièce immergée après chauffage. Le milieu de trempe peut être plus ou moins agité (brassage) ou projeté (refroidissement par aspersion). Le refroidissement en chaque point d'un volume d'acier dépend :

- des propriétés thermiques du métal;
- de la géométrie de la pièce (forme, dimensions, etc.);
- de la position du point considéré dans la section de la pièce;
- des propriétés thermiques du milieu de trempe et de certaines de ses propriétés physiques (viscosité notamment);
- de la température du milieu de trempe [1].

II.2.3 Le revenu

Appliqué aux aciers au carbone alliés ou non alliés, après une trempe martensitique et/ou martensito-bainitique, le revenu a pour objet de provoquer une précipitation du carbone sous une forme et dans des conditions contrôlées afin de parvenir au durcissement optimal. Cette opération engendre une évolution structurale depuis l'état métastable obtenu après trempe vers un état plus proche de l'équilibre physico-chimique. Éventuellement, ce revenu peut provoquer la transformation de l'austénite résiduelle en bainite pendant le maintien ou en martensite secondaire au cours du refroidissement final. Les paramètres qui définissent les conditions d'exécution d'un revenu sont :

- la température de revenu ou température maximale à laquelle est porté l'acier ;
- la durée du maintien à la température maximale, c'est-à-dire le temps pendant lequel la température des zones martensitiques et/ ou martensito-bainitiques est maintenue constante et égale à la température de revenu ;
- la loi de refroidissement à laquelle la pièce est soumise à la fin du revenu. Pour apprécier ou prévoir le comportement au revenu d'un acier.

Différents type de revenu (après trempe) existe :

- le revenu de détente
- le revenu habituel (ou banal)
- le revenu de durcissement secondaire [16].

En général, les aciers à outils subissent un double revenu pour convertir l'austénite résiduelle en martensite et d'autres phases plus stables. Après la trempe, le premier revenu relaxe les contraintes résiduelles brutes de trempe et permet d'obtenir une martensite revenue et la précipitation de carbures secondaires.

L'austénite résiduelle, issue de la première trempe, se transforme en martensite secondaire après le premier revenu. La martensite secondaire est ensuite adoucie pendant le second revenu. La Figure I.8 représente les différentes structures d'un acier à outils de travail à chaud H11 austénitisé et double revenu à différentes températures. La température du second revenu ne joue pas sur la diversité des carbures puisque l'on retrouve les mêmes types de précipités à la fin du premier revenu. Si le second revenu est effectué à une température inférieure à 600 °C, la coalescence des carbures n'est pas observée, mais la forte densité de dislocations introduite au cours de la trempe diminue. Cependant, Si le revenu secondaire est réalisé à une température

supérieure à 600° C, il conduira à la coalescence des précipités $M_{23}C_6$ issus du premier revenu [8].

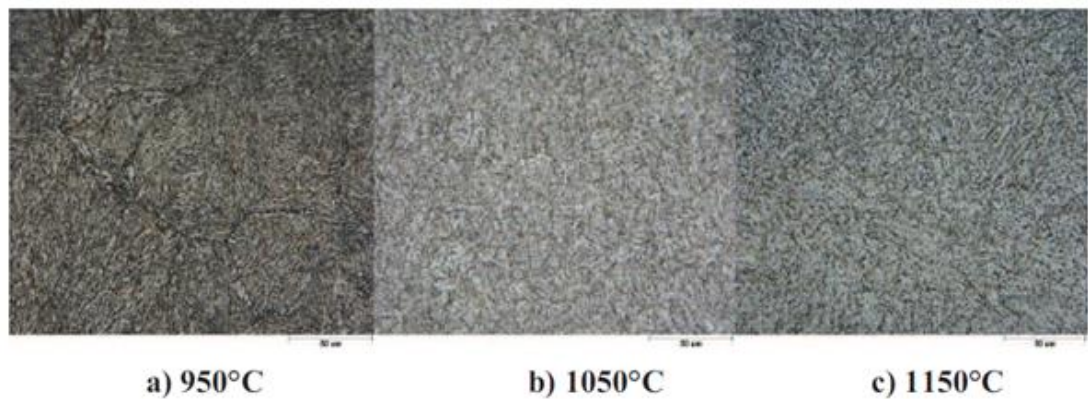


Figure I.8. Différentes structures d'un acier H11 après trempe et revenu.

II.2.4.Recuit

Objectif : éliminé toute l'histoire thermique de l'acier en ramenant le métal à l'équilibre physico-chimique et mécanique

Principe : réalisé un cycle thermique

- Chauffage à une température de recuit
- Maintien isotherme à cette température
- Refroidissement lent dans l'air ou le four

Propriété recherchée :

- Ductilité maximale
- Dureté minimale
- Bonnes propriétés mécaniques

Dans la pratique, on distingue différents recuits en fonction des buts à atteindre :

- Le recuit d'homogénéisation
- Le recuit de régénération
- Le recuit complet
- Le recuit de détente

III LA NITRURATION

III.1 Introduction

La nitruration a été découverte en 1923 par un technicien de la firme Krupp qui, après avoir chauffé un acier dans une atmosphère d'ammoniac, observa une dureté superficielle anormalement élevée [21].

C'est un traitement thermochimique de diffusion consistant à enrichir superficiellement l'acier en azote. L'azote diffuse dans l'acier et forme, avec les éléments d'alliage, des nitrures très fins qui produisent un durcissement structural. La dureté de base des aciers rapides, généralement de l'ordre de 800 à 900 HV, s'accroît alors superficiellement pour atteindre des valeurs supérieures à 1200 HV. Les propriétés des couches nitrurées dépendent dans une large mesure de leur épaisseur et pour conserver une ténacité convenable aux outils en aciers rapides, il ne faut pas que la profondeur durcie excède 50 μm [22].

III.2. Principe et procédés de la nitruration

III.2.1. Principe

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

III.2.2. Procédés de la nitruration

Dans le domaine industriel, plusieurs procédés de nitruration sont utilisés :

III.2.2.1. Nitruration en bain de sels

Aux températures de nitruration 500 - 550 °C, il est possible d'obtenir une réaction de nitruration à partir de la décomposition thermique d'un cyanure alcalin (potassium

ou sodium). Différents bains industriellement utilisés, à base de cyanate et de carbonate peuvent être utilisés, la nitruration peut être activée par insufflation d'air, la réaction est alors plus rapide. Il est possible de former des couches de nitrure de combinaison (composé de e) épaisses, mais souvent la couche de diffusion est faible et la température élevée ne permet pas d'obtenir des valeurs de contraintes importantes. Le principal problème pour cette technique est le traitement des déchets et des effluents [23].

III.2.2.2. La nitruration ionique (assistée par plasma)

Dans une enceinte contenant un mélange gazeux à base d'azote sous une pression de 10 à 1×10^3 Pa, on applique une tension continue, comprise entre deux électrodes. L'échantillon à traiter fait office de cathode et les parois de la cuve d'anode. Le courant et la tension sont choisis de manière à provoquer une décharge lumineuse qui conditionne le départ et l'accélération des électrons libres de l'échantillon métallique vers les surfaces anodiques du four. Lorsque ces électrons entrent en collision avec les molécules de gaz proches de la surface de l'échantillon, celles-ci s'ionisent c'est à dire qu'elles libèrent un ou plusieurs électrons de valence qui peuvent percuter d'autres molécules et libérer ainsi d'autres électrons. De plus, le champ électrique au voisinage de la cathode et de l'anode est suffisamment élevé pour provoquer ainsi l'ionisation des atomes de l'atmosphère gazeuse au voisinage des pièces. L'ensemble des particules ionisées constitue ainsi le plasma dans lequel les ions négatifs formés sont attirés par l'anode tandis que les ions positifs sont attirés par la cathode. C'est le cas des ions azote, qui sont majoritairement positifs et sont attirés par la pièce à traiter. L'interaction entre les ions azote et la matière conduit alors à un processus d'absorption et, suivant les paramètres de traitement, à la formation de nitrures et à la diffusion d'azote atomique à travers la section de la pièce. Le problème pour cette technique de formes complexes, il se produit des phénomènes de cathode creuse avec un échauffement local de la pièce. C'est pourquoi de nouveaux systèmes sont actuellement développés dans le but de créer le plasma par des électrodes secondaires [23].

III.2.2.3. La nitruration gazeuse

La nitruration en phase gazeuse s'effectue dans des fours de type cloche ou puits équipés d'un dispositif de circulation forcée des gaz composants l'atmosphère nitrurante (Figure I.9) [24].

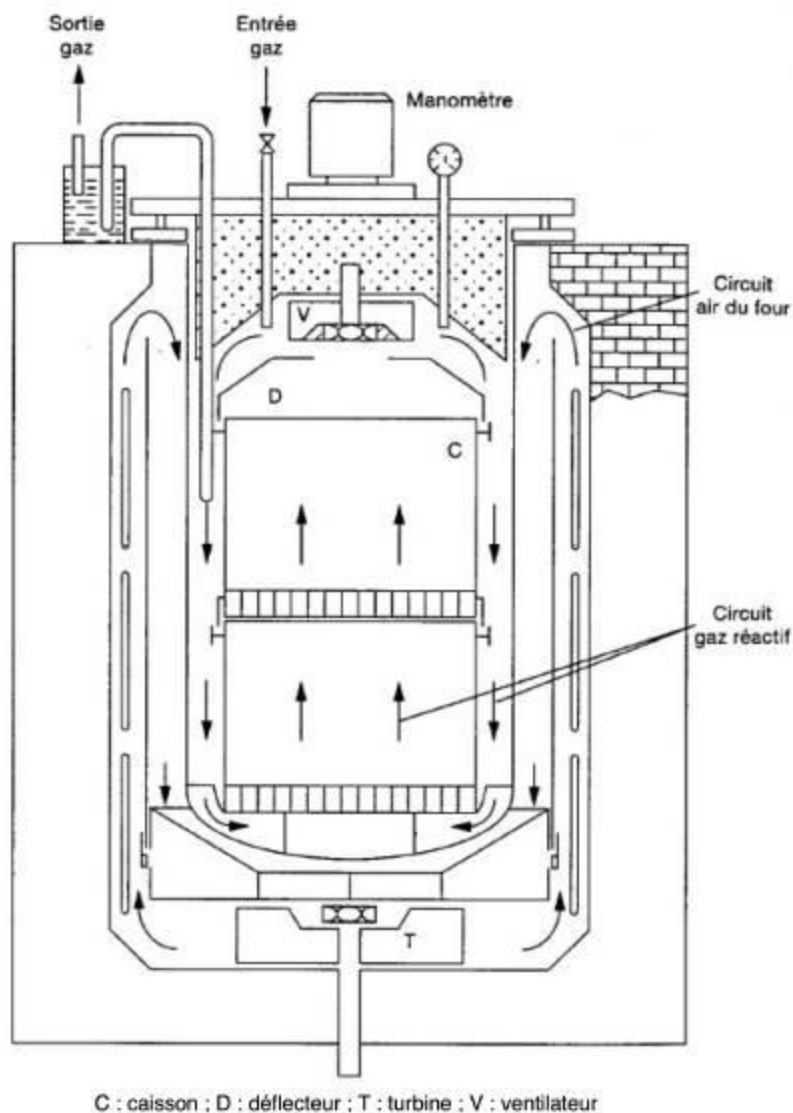


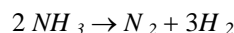
Figure I.9. Four vertical de nitruration [24].

Le four est composé :

- du pot qui sert au confinement de l’atmosphère nitrurante, le plus souvent en Inconel 600 ;
- d’un système de chauffage et de ventilation pour homogénéiser la température et l’atmosphère;
- de thermocouples pour vérifier l’homogénéité de la température dans le four ;
- d’un spectromètre infrarouge ou d’une sonde à hydrogène pour quantifier l’ammoniac résiduel à la sortie du four et permettre le pilotage du four par régulation du taux d’ammoniac résiduel (Nr) ou du potentiel nitrurant (Kn) [24].

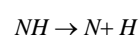
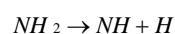
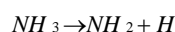
Du gaz ammoniac est injecté dans un four étanche à moufle métallique (four pot ou four cloche) doté d'un brassage parfait de l'atmosphère et d'une précision élevée de

la température. L'atmosphère est en légère surpression et le débit du gaz dans le four à une température donnée et pour une charge de pièces déterminée, fixe le taux de dissociation de l'ammoniac selon la réaction:



Seule la fraction de gaz non dissociée aura une action nitrurante selon le mécanisme suivant:

Au contact de l'acier la molécule de NH₃ subit un craquage catalytique en NH₂, NH, N et H:



Une partie d'azote naissant produit diffuse à la surface de l'acier, tandis qu'une autre partie est désorbée pour reconduire à la formation de la molécule N₂. La diffusion d'azote dans le matériau dépend de la concentration locale en azote atomique.

La phase α étant très rapidement saturée en azote, les phases γ' (Fe₄N) ou ε (Fe₂₋₃N) apparaissent par nucléations localisées. Ces phases croissent tandis que l'azote continue à diffuser dans la structure de l'acier. La croissance de γ' et ε conduit à la formation de la couche de combinaison alors que celle-ci alimente la zone de diffusion.

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

Pour la couche de diffusion, elle dépend essentiellement du temps, de la température et du potentiel azote. Sur les aciers à outils pour travail à chaud, la profondeur nitrurée ne doit pas dépasser 300 μ m, afin de ne pas favoriser la fissuration superficielle. Sur les aciers de construction, elle est choisie en fonction des sollicitations et des nécessités éventuelles de rectification après traitement [25].

III.2.2.4. Autres techniques de nitruration

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

Le principe du procédé de la nitruration basse pression consiste à utiliser, comme milieu nitrurant, un mélange gazeux sous faible pression. Les composés utilisés sont à base d'ammoniac, avec des additions éventuelles de méthane (carbonitruration) et d'oxygène dont le rôle semble primordial pour le contrôle de la couche de combinaison [26]. Les principaux avantages de ce procédé se situent au niveau de la cinétique de traitement et de la simplicité et du coût de mise en œuvre.

Les premiers essais relatifs à la technique de nitruration haute pression ont été réalisés au cours de l'année 1989. Dans ce procédé, les pièces sont placées dans un four qui s'apparente à un four sous vide. Dans un premier temps un vide primaire est réalisé, puis un cycle thermique est appliqué aux pièces. Dans le même temps, une atmosphère de gaz NH_3 et éventuellement N_2 est introduite dans le four. Les traitements se font sous hautes pressions de 0,2 à 5 MPa, puis une phase de diffusion sous basses pressions. L'intérêt essentiel de ce procédé est le fort pouvoir de pénétration de la nitruration et la régularité des couches obtenues [27].

L'implantation ionique en immersion plasma est une nouvelle technique de nitruration qui s'est développée à partir de 1987. Elle consiste à effectuer l'implantation directement dans le plasma. Elle permet non seulement de réduire les coûts d'équipement, mais aussi de traiter des pièces de forme complexe ou de grandes surfaces en une seule fois. Son principe est simple puisqu'il consiste à immerger un échantillon dans un plasma et à le polariser par des impulsions de haute tension négative. Les ions du plasma sont alors implantés dans le matériau sur toutes les surfaces exposées au plasma. Cette technique est très attractive d'un point de vue industriel et ouvre la voie à un grand nombre d'applications. D'autre part, elle permet de réaliser des matériaux dans des conditions fortement hors d'équilibre. L'énergie des ions permet notamment le mélange dynamique des interfaces [28].

III.2.2.5. Comparaison des divers procédés

Le choix d'un procédé pour la réalisation d'un traitement est une opération difficile qui dépend de nombreux facteurs. Dans de nombreux cas, plusieurs procédés peuvent convenir d'un point de vue technique et ce sont les caractéristiques technico-économiques qui permettent de départager les solutions. Dans cette optique, on pourra utiliser pour comparer les divers procédés vis-à-vis d'une utilisation, les données

concernant les propriétés des pièces nitrurées à savoir la dureté superficielle, la résistance à l'usure et à la fatigue, la tenue à la corrosion, la tenue à chaud...etc. Une fois cette étape franchie, les particularités de certains procédés peuvent constituer autant d'avantages (ou d'inconvénients) déterminants par rapport au choix [25].

Le tableau I.3 illustre quelques caractéristiques propres à chaque famille de procédés de traitement. On peut citer en particulier les suivantes:

Tableau I.3. Eléments de comparaison des procédés de nitruration [28].

caractéristiques	Nitruration gazeuse	Nitruration ionique	Nitruration bain de sels
Choix de la couche de combinaison	Oui	Oui	Non Uniquement ϵ
Plage de la température	510 - 600 °C	400 - 600 °C	565 - 590 °C
Absence de couche de combinaison	Oui (difficile)	Oui (métrisable)	Non
Épaisseur de la couche de combinaison	Réglable en f(T, t, composition, atm)	Réglable en f(T,t,composition, atm)	Réglable en f(t)
Profondeur de diffusion	Non limitée f(T, t, acier)	Non limitée f(T, t, acier)	Limitée à 0.25 mm Exceptionnellement 0.5 mm
Temps de traitement	6 - 80 h	1 - 60 h	< 1 - 6 h
Influence de la morphologie	Faible	Forte	Négligeable
Possibilité de réserves (protections)	Moyenne	Bonne	Mauvaise
Propreté aspect	Bon	Très bon	Moyen
Carbonitruration	Oui	Oui	Toujours
Carbonitruration + oxydation	Peu pratiquées	Difficile	Procédé éprouvé
Facteurs de coût principaux	Temps et gaz	Amortissement et temps	Sels et déchets

III.3. Mécanismes de formation des couches nitrurées

La détermination de la nature des phases cristallines formées durant la nitruration des aciers nécessite la connaissance des diagrammes d'équilibres, dans la pratique l'équilibre thermodynamique n'est certainement pas atteint néanmoins les diagrammes donnent une indication intéressante sur la nature des phases susceptibles d'être formées. Le diagramme fer-azote (Figure 10) représente les domaines d'existence des phases métallurgiques selon la teneur en azote et la température.

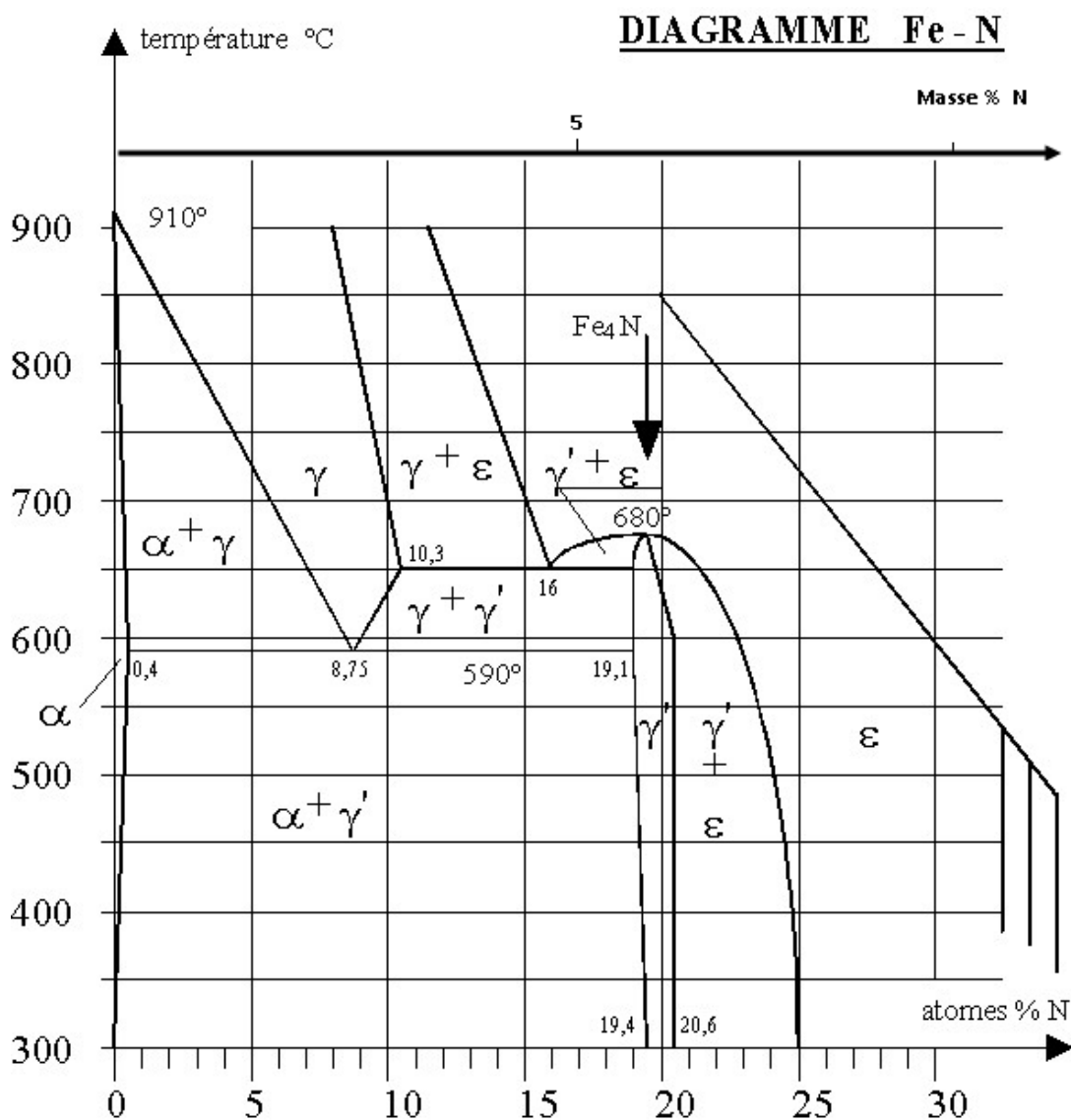


Figure I.10. Diagramme d'équilibre fer – azote [25].

Les caractéristiques cristallographiques de différentes phases de ce diagramme sont regroupées dans le tableau I.4. La limite de solubilité de l'azote dans la ferrite dans l'intervalle de température 400 – 580 °C est très faible ($\leq 0,1$ % en masse). Dès que cette limite a été dépassée, il y a formation de nitrures de fer γ' ou ε . 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 nitride stable γ' (Fe_4N) ($\leq 0,2$ % en masse) comparée à celle de la phase instable ε (Fe_{2-3}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 et des carbonitrures. Dans les aciers dit 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.

Tableau I.4. Caractéristiques cristallographiques des phases du système fer – azote [23].

Phases	Structure cristalline	Paramètres cristallins	Teneur (% N massique)
α	C.C	0,2866 0,2864 (0;11 m. % N)	0,1 % à 590 °C 0,003 % à 200 °C
γ	C.F.C	0,361(1,42 m. % N) 0,365 (2,76 m. % N)	
γ' (Fe ₄ N)	C.F.C	0,3795	Max 5,75 % Min 5,3 %
ϵ (Fe ₂₋₃ N)	H.C	a = 0,27 c = 0,4371	Max 10,75 % Min 7,25 %

III.3.1. Structure et microstructure des aciers nitrurés

Le traitement de nitruration provoque des changements métallurgiques importants dans le matériau traité et quelque soit le traitement utilisé, les couches nitrurées d'aciers peuvent toujours être décrites suivant le schéma suivant :

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

III.3.1.1. Couches de combinaison (couche blanche)

Elle est généralement d'une épaisseur qui dépasse rarement les 30 μm du fait de la faible valeur des coefficients de diffusion de l'azote. Les phases majoritaires sont les structures de fer $\text{Fe}_4\text{N} - \gamma'$ et $\text{Fe}_{2-3}\text{N} - \varepsilon$

III.3.1.1.1. Le nitrure γ' (Fe_4N)

Ce nitrure possède une symétrie cubique (Figure I.11) isomorphe de la pérovskite CaTiO_3 et il n'est stable qu'en dessous de 680 $^\circ\text{C}$. La maille de fer possède quatre atomes de fer en coordonnées $(0,0,0)$; $(1/2,1/2,0)$; $(1/2,0,1/2)$; $(0,1/2,1/2)$ et un atome d'azote en position $(1/2,1/2,1/2)$. Les atomes de fer forment un réseau Cubique à Faces Centrées (CFC) et l'atome d'azote occupe de façon ordonnée un quart des sites octaédriques du cristal en formant une structure cubique simple. Cette disposition entraîne l'apparition de raies supplémentaires de type (100) et (110) sur les spectres de diffraction X. Ce nitrure est le premier à se former dans la série des nitrures de fer car il précipite dès les basses températures et ne nécessite qu'une teneur locale en azote de l'ordre de 20 % atomique. Son affinité pour le carbone est par ailleurs très faible puisque seulement 0,2 % massique de carbone peut être dissous dans sa structure. De plus, cette phase améliore la résistance à la fissuration [28].

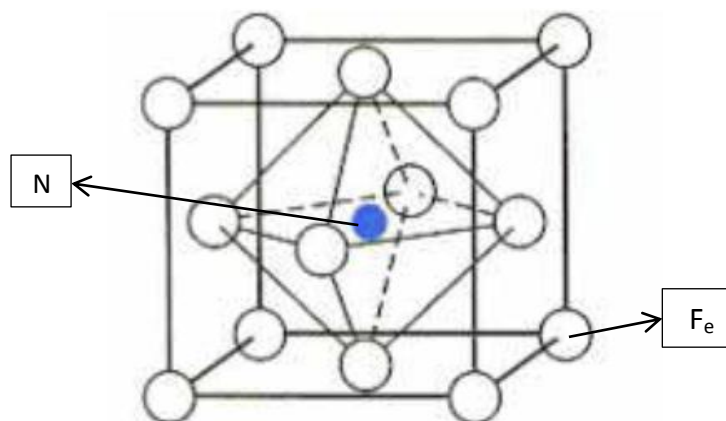


Figure I.11. Structure du nitrure γ' (Fe_4N) [29].

III.3.1.1.2. Le nitrure ε (Fe_{2-3}N)

Ce nitrure possède une maille élémentaire de symétrie hexagonale (Figure I.12). Il appartient au groupe d'espace $\text{P6}_3/\text{mmc}$. Les atomes de fer forment un réseau Hexagonal Compact (HC) déformé par la présence d'éléments interstitiels qui se placent dans les sites octaédriques. Ces sites forment un réseau hexagonal de paramètres a et $c/2$. Cette phase possède un domaine de composition important qui s'étend de 8,25 à 11 % massique en azote. Le remplissage progressif de sites

octaédriques génère une structure HC d'atomes d'azote dont le paramètre de maille varie également suivant la fraction d'azote présente dans le réseau. Cette phase, est le plus souvent appelée carbonitride ϵ tant son affinité pour le carbone est grande; la teneur en carbone dans cette phase peut atteindre jusqu'à 3 % massique. C'est d'ailleurs un moyen d'obtenir des couches de combinaison monophasées ϵ par nitruration ionique. Par ailleurs, de nombreux auteurs s'accordent sur la grande dureté et les bonnes propriétés tribologiques de cette phase et sa ductilité accrue par rapport à la phase γ' . Elle permet entre autre d'améliorer la résistance à l'usure en évitant certains problèmes d'adhésion [23].

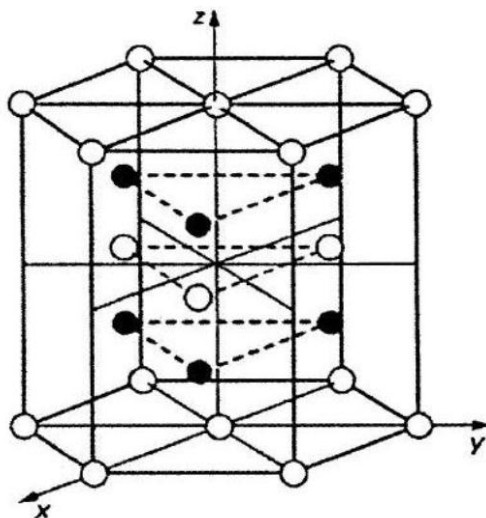


Figure I.12. Structure du nitride ϵ Fe_{2-3}N [23].

III.3.1.2. La couche de diffusion

Suivant les conditions de traitement (temps et température) et la nature de l'alliage, la couche de diffusion peut varier de quelques dizaines de micromètres à un millimètre. Elle est composée d'une solution solide d'insertion d'azote dans le fer et de nitrures ou carbonitrides d'éléments d'alliage [25].

III.3.1.3. La solution solide d'insertion d'azote

C'est une solution solide d'insertion d'azote dans le réseau cubique centré des atomes de fer. Le titre massique maximum d'azote venant se placer dans le réseau du fer est très limité (0,08 % massique en azote) car les sites octaédriques centrés au milieu des arêtes et des faces du réseau cubique centré sont de taille trop faible pour accepter librement les atomes d'azote. L'insertion de l'azote dans le réseau de la ferrite est à la base du processus de durcissement et de mise en précontrainte de la surface des alliages ferreux nitrurés [25].

III.3.2. Microstructures des couches nitrurées

Les caractéristiques des couches nitrurées dépendent, en particulier, de la composition de l'acier et des paramètres propres à la nitruration. L'aspect métallographique des couches nitrurées est illustré par la micrographie de la figure I.13

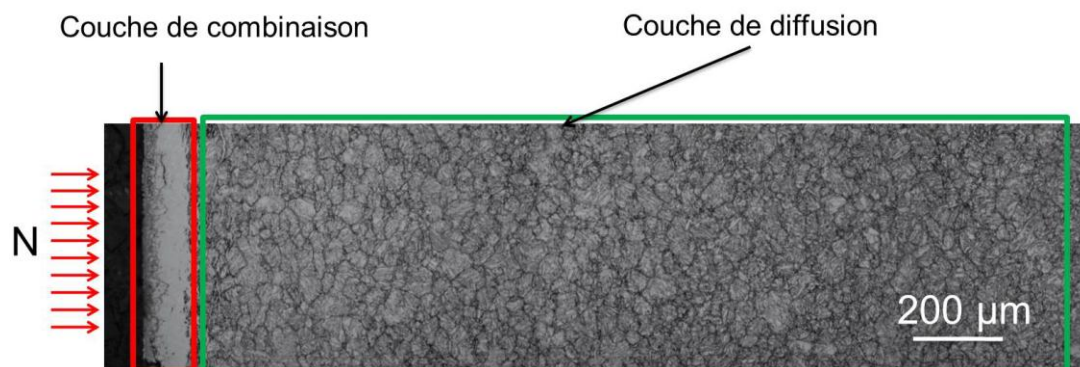


Figure I.13. Micrographie optique de la surface nitrurée de l'acier 33CrMoV12-9 $t_n = 50$ h $T_n = 520^\circ\text{C}$ $K_n = 3,65$ [24].

La superposition des deux couches aux propriétés différentes s'observe. En partant de la surface, on distingue:

- Une couche de combinaison composée en proportions variables de nitrures de fer de type γ' (Fe_4N) ou de type ε (Fe_{2-3}N).
- Une couche de diffusion où l'azote est principalement combiné avec des éléments d'alliage pour former des nitrures.

III.3.3. Aciers pour nitruration

Le traitement de nitruration consiste à introduire de l'azote dans les couches superficielles de l'acier ou de l'alliage par réaction chimique à la surface puis diffusion dans la masse. Pratiquement, il est envisageable de nitrurer tous les aciers. Le choix d'un acier destiné à être nitruré doit être fait en fonction des caractéristiques recherchées sur la pièce et des conditions de réalisation de celle-ci. Les critères de choix sont divisés en deux groupes:

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

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] R. LÉVÊQUE, technique de l'ingénieur ; les aciers à outils. M330.
- [2] J.BANALIS, G.MEADER, Précis de métallurgie-Elaboration, structure, propriétés, normalisée ; Edition Nathau 1997.
- [3] M. COLOMBIE, Matériaux industriels, matériaux métallique ; DUNOD, Paris 2000.
- [4] L.COLOMBIER, les aciers à outils et leur traitement thermique, PYCEDITION, Paris, 1971.
- [5] (F.W) TAYLOR– On the art of cutting metals, 248 p., ASME 1906.
- [6] R. Abdel monem, “A study of the microstructure and wear of high speed steels,” Thèse de doctorat, University de Salford, United Kingdom, 1986.
- [7] F.Taylor.; Trans. A. S. M. E.; 28; p. 38-58, 1907.
- [8] M. ATHMANI, “Amélioration des propriétés de surface d'un acier à outil de travail à chaud par des traitements thermiques et thermochimiques (Cémentation),” Mémoire Magistère, Université de Annaba, Algérie, 2011.
- [9] S.BENSAADA, Traitements thermiques, classification et désignation des aciers et fontes, polycop, Université Mohamed khider ,2019.
- [10] A. ACHOUR, “Etude du comportement en usure des outils de coupe en fonction du revêtement,” Thèse de Doctorat, Université Mentouri – Constantine, Algérie, 2006.
- [11] J.DORLOT, J.BAILON, J.MASSONAVE, Des matériaux ; 2eme Ed, DUNOD, 1986.
- [12] Y. C. Lin, S. W. Wang, T. M. Chen, J. Mater. Process. Technol. 120 , 126, (2002).
- [13] M. Wiest, E.Kassa, W.Davas, J.C.O Nielsen and H.Ossberger: assessment of methods for calculating contact pressure in wheel-rail/switch contact.wear.
- [14] A. SAKER, “Etude des causes de dégradation prématurée d'un marteau de concassage fabriqué en acier riche en chrome,” Mémoire de Master, Université de Annaba, Algérie, 2018.
- [15] Comité sectoriel de la main-d'œuvre dans la fabrication métallique industrielle (PERFORM), guide d'auto-apprentissage, Bibliothèque et Archives Canada, 2015.
- [16] G.MURRY, Technique de l'ingénieur, Traitements thermiques dans la masse des aciers Partie 1, M1126.

- [17] L. Schmidt, “Tool Materials for Molds and Dies,” Colorado School of Mines Press, 118, 1987.
- [18] J. R. T. Branco, “Development of Nb Modified AISI H13/H11 Type Tool steels,” Thèse de doctorat, Colorado School of Mines, 1989.
- [19] M. L. Schmidt, *ibid.* 118-64.
- [20] R. LÉVÊQUE, technique de l'ingénieur ; Traitements thermiques dans la masse des aciers à outils.M1134.
- [21] <http://fr.wikibooks.org/>
- [22] C. LABIDI, “Amélioration de la durée de service d’outils d’usinage du bois par traitements de surface et préparation de l’arête de coupe,” Thèse de Doctorat, Arts et Métiers Paris Tech, France, 2006
- [23] L. MAROT, “Développement d’un nouveau système d’implantation ionique en immersion plasma et analyses des processus de nitruration,” Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, France, 2001.
- [24] G. FALLOT, “Rôle du carbone lors de la nitruration d’aciers de construction et influence sur les propriétés mécaniques. Mécanique des matériaux [physics.class-ph], Thèse de Doctorat, Ecole nationale supérieure d’arts et métiers - ENSAM, France, 2015.
- [25] O. Belahssen, “Etude comparative du comportement chimique et tribologique des aciers nitrurés,” Thèse de Doctorat, Université de Biskra, Algérie, 2013.
- [26] H. Du, J. Ågren, Surf. Eng., 11, 301-308, 1995.
- [27] L. Torchane, Thèse de Doctorat INPL, France (1994).
- [28] T. Belmonte, S. Bockel, H. Michel, D. Ablitzer, Surf. Coat. Tech. 112, 5-9, 1999
- [29] J. P. Lebrun et Y. Corre, Journées Spécialisées du CACEMI, Paris, Mars (1999)
- [30] J. D'haen, C. Quaeyhaegens, G. Knuyt, M. D'Olieslager, L.M. Stals, Surf. Coat. Tech. 74 (75), 405-41, 1995.

Chapitre II

Matériaux et techniques expérimentales

II.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous exposerons les différentes techniques expérimentales réalisées pour caractériser le matériau étudié et la validation des résultats: observation microscopique, nitruration gazeuse, essais dureté.

II.2. Composition chimique

Afin de déterminer les éléments présents dans l'alliage d'étude ainsi que leur teneur, nous avons effectué une analyse quantitative à l'aide d'un spectromètre à fluorescence X. La technique de fluorescence X permet d'effectuer une analyse qualitative des éléments présents dans l'alliage faisant l'objet de notre étude. L'appareil utilisé est de type SPECTROMAXx MX6M BT sous un logiciel de traitement des données **SPARK ANALYZER**, avec une alimentation de 220 V AC 50 HZ. Un tel appareil est représenté sur la **Figure II.1**



Figure II.1. Spectromètre à fluorescence X.

II.3. Matériaux étudiés

Dans le cadre de notre étude nous avons utilisé un acier industriel dont la composition chimique est proche de celles des aciers normalisés de types **AISI M 2**. Toutefois, il présente une seule différence dans le pourcentage du carbone. La composition chimique, reportée dans le **Tableau III.1**.

II.4. Préparation des échantillons

La préparation des échantillons destinés au traitement de nitruration est divisée en trois étapes, le découpage à froid et le polissage, attaque chimique.

II.4.1. Découpage à froid

On effectue un découpage avec la machine de cisailage des métaux **figure II.2**. A l'aide de lubrifiant pour éviter tout échauffement du matériau.



Figure II.2. Machine de cisailage des métaux.

II.4.2. Polissage

L'étude de la microstructure nécessite des surfaces bien polies, de façon à ce qu'elles ne présentent aucune rayure susceptible de gêner l'examen micrographique. Pour cela, les échantillons sont polis mécaniquement sur papiers abrasifs (du numéro 120, 240, 320, 400, 600, 800, 1000, et 1200), puis à la pâte diamantée de granulométrie 3 μm . Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et séchés.

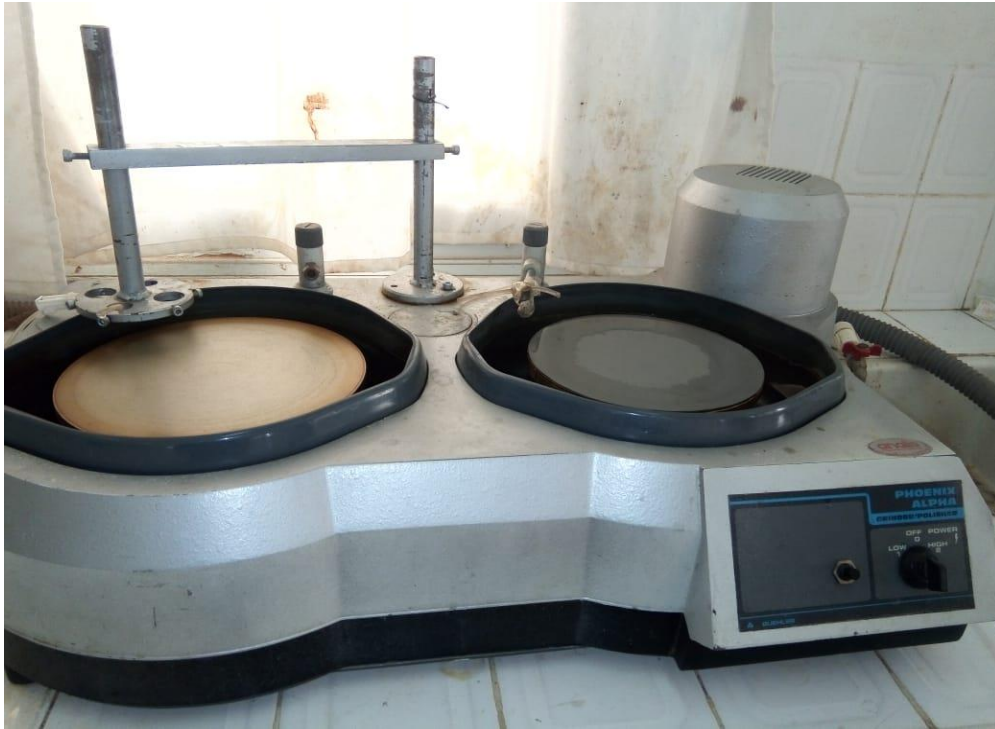


Figure II.3. Polisseuse PHOENIX ALPHA.

II.4.3. L'attaque chimique

Les surfaces sont attaquées chimiquement par le **Nital 4%** (une solution alcoolique nitrique) de composition :

4 ml d'acide nitrique HNO₃

48 ml d'éthanol C₂H₅OH

II.5. Traitements thermiques

Les traitements thermiques de trempes et de revenus ont été effectués dans un four électrique à résistance **NEBERTHERM** ($max = 1200^{\circ}C$). La trempe des échantillons a été réalisée directement dans un bain d'huile à l'ambiante.



Figure II.4. Four électrique NEBERTHERM.

II.5.1. Trempe

Des échantillons cubiques de dimensions (12x12x0.4) cm ont été austénitisés à la température **1100 °C** avec un temps de maintien de **1 heure** pour être ensuite refroidis rapidement dans un bain d'huile à température ambiante (**Fig II.2**). Un tel refroidissement rapide a pour but de conférer à l'acier la plus grande dureté possible par la formation d'une structure martensitique [1].

II.5.2. Revenus

Après le traitement de trempe à 1100°C, les échantillons ont subi un traitement de revenu à 650°C pendant un temps de maintien de trois heures (3h), le refroidissement étant à l'air. La Figure II.3 représente le cycle de traitement thermique appliqué sur les échantillons.

Le choix du traitement de revenu a pour but :

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

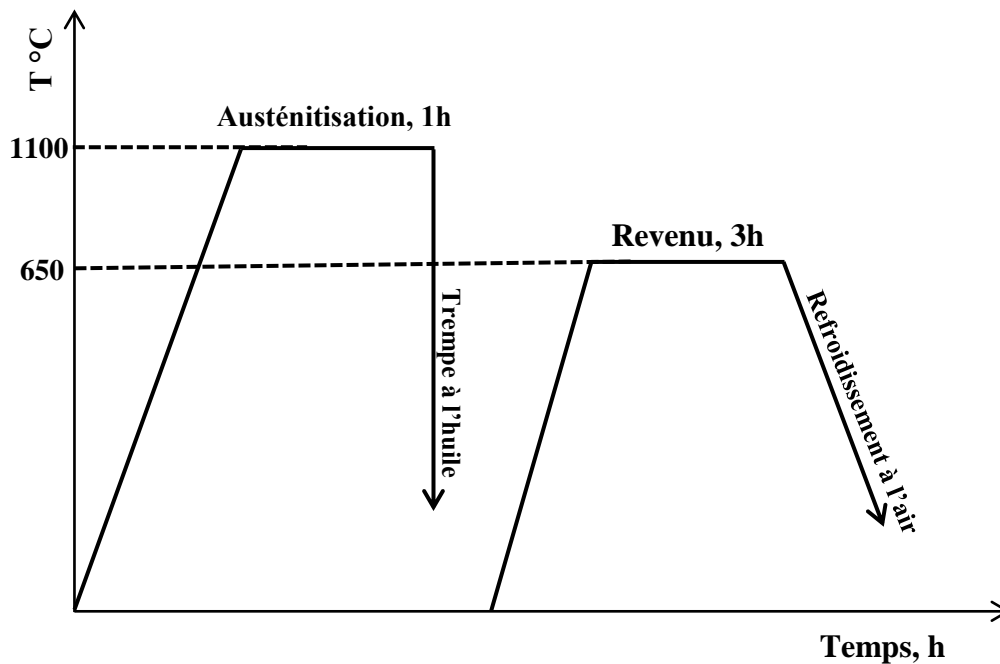


Figure II.5. Cycle de traitement de durcissement par trempe et revenu.

II.6. Traitement de nitruration gazeuse

Le traitement de nitruration est effectué dans un four industriel de nitruration gazeuse (Fig. II.5). Les paramètres, la capacité et caractéristiques techniques du four ont été indiqués ci-dessous :

- Température de service : **550 °C**.
 - La pression de l'ammoniac et l'azote est : **1 bar**.
 - Type de chauffage : électrique
 - Gaz utilisé : Ammoniac NH_3

Avant tout, Il est nécessaire d'effectuer une vérification et le réglage avant de procéder à la marche :

- 1- Nettoyer soigneusement l'intérieur du four afin d'assurer qu'il n'y existe pas de corps étrangers à l'intérieur de la chambre de nitruration,
- 2- Régler les instruments suivants à leurs valeurs de consigne,
- 3- Vérifier la marche du ventilateur pour assurer la propagation de la chaleur.

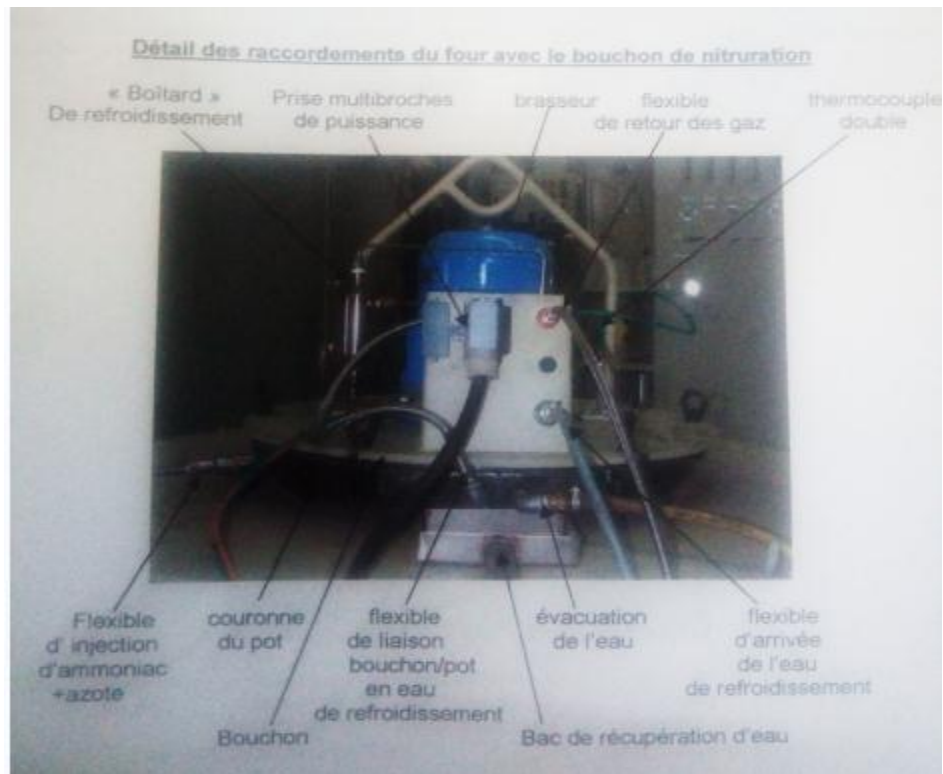


Figure II.6. Four industriel de nitruration gazeuse utilisé dans notre étude.

La nitruration gazeuse des échantillons a été effectuée pour trois (03) temps de maintien différents 2h, 4h et 6h. La **figure II.7** représente le cycle de traitement thermo-chimique de nitruration gazeuse appliqué sur les échantillons.

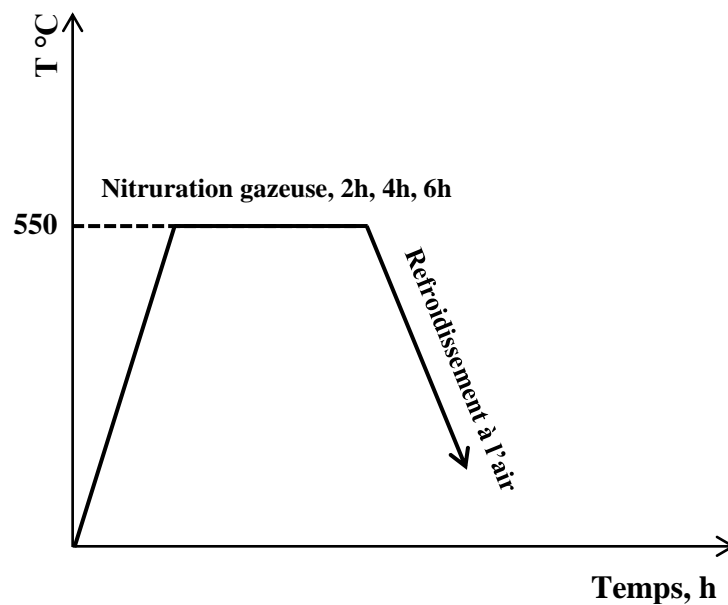


Figure II.7. Cycle du traitement de nitruration gazeuse appliqué sur l'acier d'étude.

II.7. Caractérisations microstructurale et mécanique

II.7.1. Etude microstructurale

II.7.1.1. Microscopie optique

Afin de révéler les microstructures après les traitements préconisés, les échantillons ont été polis mécaniquement sur une série de papiers abrasifs de granulométrie décroissante (120÷1200); la finition a été réalisée à l'aide de la patte diamantée à 3 μm . Après l'opération de polissage, les échantillons ont été attaqués chimiquement à l'aide d'une solution de nital à 4% pour être observés au microscope optique de type OPTIKA.

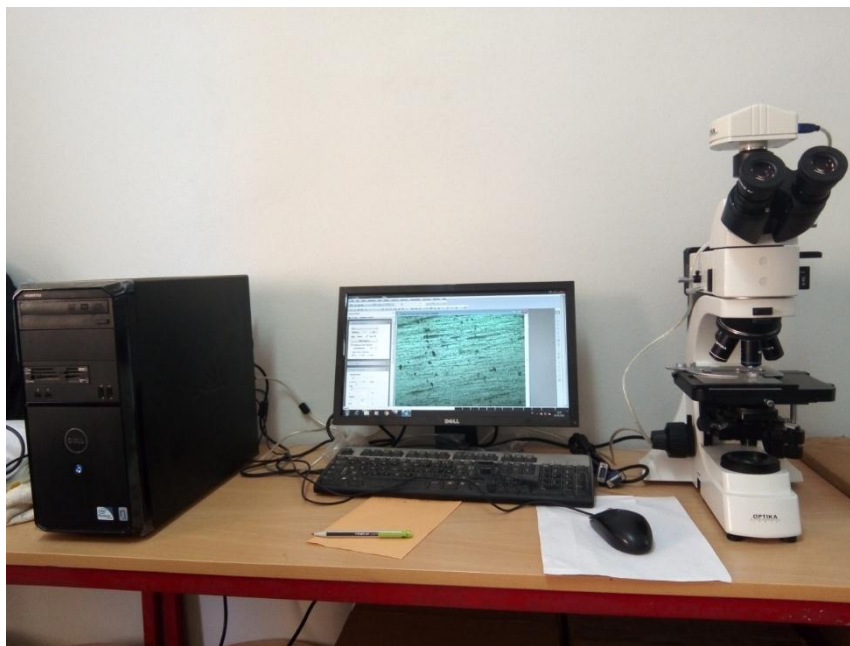


Figure II.8. Microscope optique.

II.7.1.2. Microscopie électronique à balayage

Afin d'observer les microstructures à fort grossissement et les précipitations induites on a utilisé un microscope électronique à balayage de type TESCAN-VEGA3 couplé à un spectromètre à énergie dispersive (EDS).

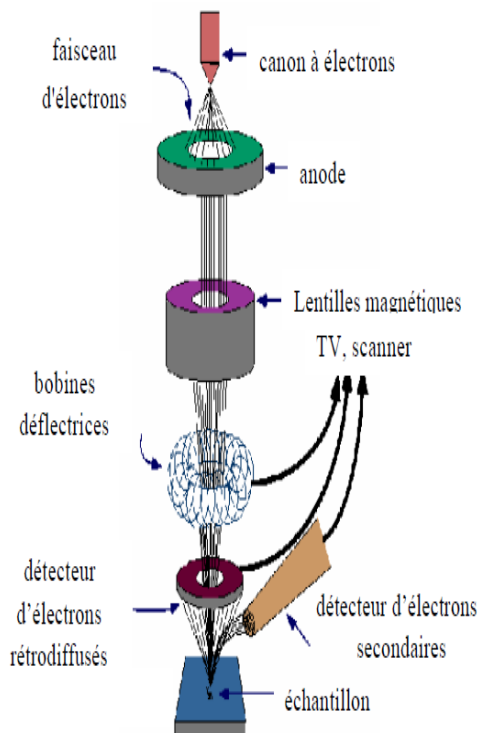
En Microscopie Electronique à Balayage (MEB) on travaille en vide ordinaire de l'ordre de $1,3 \cdot 10^{-3}$ Pa avec toutes sortes d'échantillons sans préparation particulière. Le dépôt d'un film conducteur d'or ou de carbone est parfois nécessaire si l'on veut observer des échantillons isolants.

Un faisceau d'électrons est produit au sommet de l'appareil à l'aide d'un canon à électrons (**Figure II.9.a**). Ce canon est placé dans une colonne maintenue sous vide et les électrons sont obtenus en chauffant un filament. Le faisceau d'électrons primaires

ainsi formé suit un chemin vertical dans la colonne du microscope. Il est ensuite focalisé sur l'échantillon grâce à des lentilles électromagnétiques et des bobines défectrices. Lorsque le faisceau entre en interaction avec l'échantillon, les électrons secondaires sont recueillis par les détecteurs placés à cet effet et le signal obtenu est ensuite analysé et transformé en signal visuel. Dans tous les cas, le grandissement va de 10 à 100 000 au maximum.

La Microscopie Electronique à Balayage est actuellement la méthode la plus utilisée pour observer la morphologie et les microstructures des couches nitrurées (en coupe transverse) et pour mesurer leur épaisseur. Ces observations apportent également des compléments d'information sur le mode de croissance des couches et les précipités qui peuvent se former.

a/



b/



Figure II.9. a/ Principe du MEB- b/microscope électronique à balayage.

II.7.1.3. Détermination des phases en présence par diffraction des Rayons-X

La technique d'analyse par diffraction des rayons X repose sur l'interaction élastique d'un faisceau monochromatique de photons X avec la matière cristallisée.

La diffraction résultante aboutie à l'obtention d'un diffractogramme et permet la détermination des distances réticulaires des plans de diffraction.

La loi de Bragg définit la relation entre la longueur d'onde du faisceau incident (λ), le paramètre réticulaire repéré par les indices de Miller ($dhkl$) et l'angle de diffraction (θ), l'entier naturel n représentant l'ordre de diffraction.

$$n \lambda = 2 dhkl \sin \theta \quad (\text{II.1})$$

Où:

λ : Longueur d'onde des rayons X ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$).

θ : Position du pic (Angle de Bragg).

d : Diamètre des particules.

L'ensemble des spectres de diffraction ont été réalisés sur un diffractomètre « Mini Flex 600 », lié à un micro-ordinateur pour enregistrer les diffractogrammes. Le traitement des spectres de DRX est effectué par le logiciel X'pert Highscore.



Figure II.10. Diffractomètre des rayons X « RIGAKU »

II.7.2. Propriétés mécaniques

II.7.2.1. Microdureté

On appelle dureté la propriété d'un corps de s'opposer à la déformation plastique provoquée par des contacts de la couche superficielle, la rapidité et la simplicité de l'essai de dureté, ainsi que la possibilité de juger des propriétés d'une pièce sans la détruire, contribuent à sa large extension pour le contrôle de la qualité du métal des pièces et des produits métalliques.

Pour cela nous avons utilisé la microdureté *Vickers HV*. Elle est le rapport entre la charge appliquée et la surface projetée de l'empreinte rémanente :

$$HV = 1.854.F/9.81.d^2 \quad (II.2)$$

Avec **F** la charge appliquée et la diagonale de l'empreinte en **µm**. Cette méthode est largement appliquée pour mesurer des pièces de faibles épaisseur ou couches superficielles minces à dureté élevée. La dureté est déterminée par l'empreinte laissée dans la surface mise à l'essai par une pyramide en diamant à base carré sous une charge de **300 g**. L'objectif de cet essai est d'étudier l'influence du temps de maintien sur la variation de la microdureté, de la surface vers le cœur des échantillons. Ainsi, l'essai de microdureté nous permet de calculer la profondeur nitrurée en fonction du temps de nitruration. **La figure.II.11** montre le microduromètre utilisé dans cette étude.

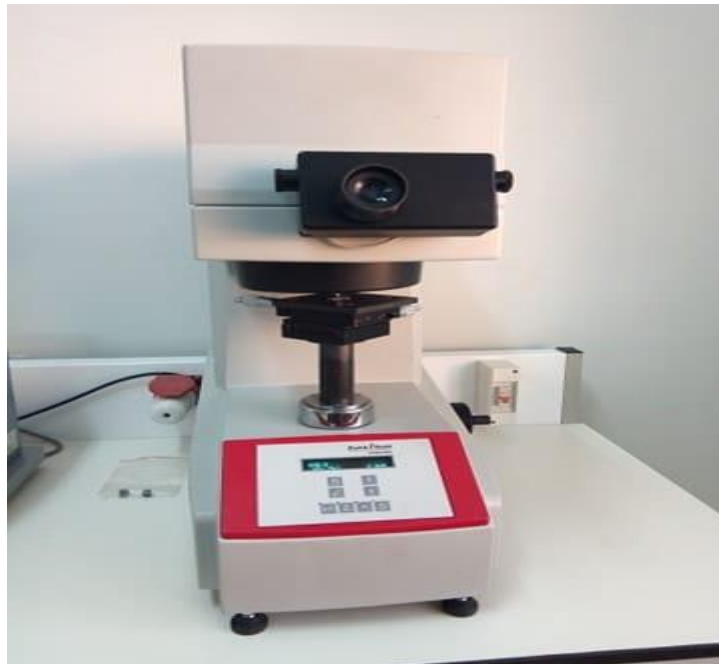


Figure II.11. Duromètre 'Wolpert'.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

[1] : R. LÉVÊQUE , technique de l'ingénieur ; Traitements thermiques dans la masse des aciers à outils.M1134.

Chapitre III

Résultats et interpretation

III.1. Introduction

Ce chapitre sera consacré à l'investigation des paramètres de nitruration gazeuse et le test de dureté. Il s'agit du traitement de nitruration appliqué à l'acier rapide pour améliorer ses propriétés mécaniques d'usure, la résistance à la fatigue. Nous présentons une étude sur l'effet de temps de traitement sur la microstructure, les propriétés mécaniques.

III.2. Matériau

Selon les résultats obtenus à partir de l'analyse chimique **Tableau III.1**, l'acier d'étude peut être classé dans le groupe des aciers super rapides proche de ceux normalisés tels que l'**AISI M2**. Sa comparaison avec ce dernier laisse entrevoir différence dans l'élément carbone.

Tableau III.1. Composition chimique de l'acier d'étude et l'acier AISI M2.

Elément	Acier d'étude	AISI M2
C	0.508	0.78- 1.05
Si	0.251	0.20-0.45
Mn	0.285	0.15-0.40
P	0.007	0.30 Max
S	0.0224	0.30 Max
Cr	4.29	3.75-4.50
Ni	0.120	-
Cu	0.108	0.25
Al	0.0428	-
V	1.80	1.75-2.20
W	6.03	5.50-6.75
Mo	5.20	4.50-5.50
Ti	0.0071	-
N	0.0258	-

III.3. PREMIERE PARTIE : Trempe et Revenu

Une nitruration nécessite un traitement préalable des pièces (trempe et revenu) qui va leur conférer des caractéristiques mécaniques à cœur compatibles avec leur utilisation future. Dans notre étude.

III.3.1. Caractérisation métallographique

Après le traitement de trempe à 1100°C, nous avons fait subir aux échantillons un traitement de revenu à 650°C pendant un temps de maintien de trois heures (3h) suivi d'un refroidissement à l'air, la micrographie optique correspondante est représentée à la figure III.1 La microscopie optique sert à observer la microstructure de l'échantillon (taille des grains, forme des grains ainsi que celles des précipités,...etc.).

Après durcissement de trempe et revenu, l'acier rapide étudié possède une structure de martensite de revenu avec des fines précipités de taille micrométrique dispersés dans la matrice. En raison de la grande quantité des précipités dispersés dans la matrice, les joints de grains antérieurs de l'austénite (joints de grains existant juste avant la trempe) sont attaqués préférentiellement à la place de la structure martensitique, ce qui permet de quantifier la taille des grains d'austénite [1].

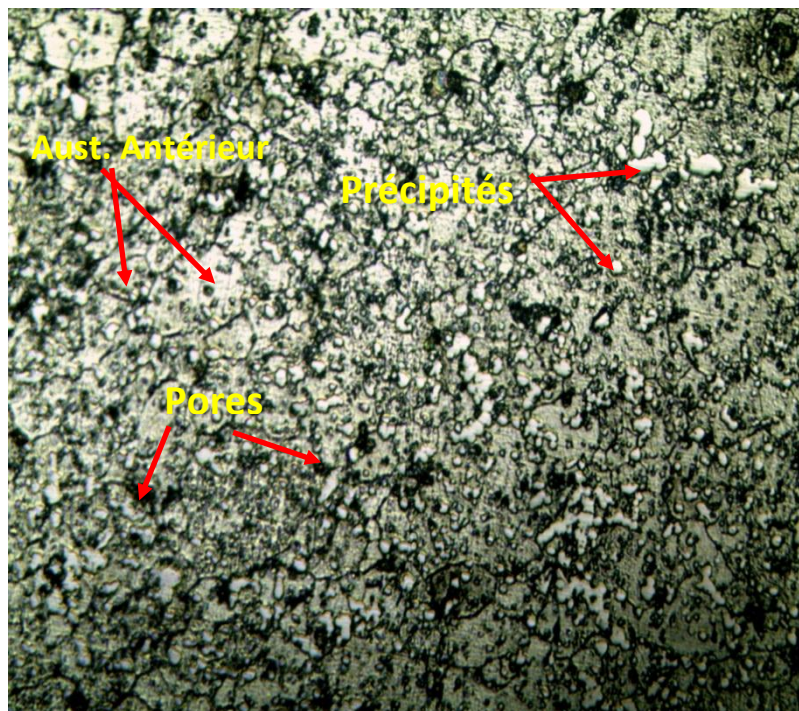


Figure III.1. Microstructure de l'acier d'étude après trempe et revenu, X500.

On observe que la structure est masquée par un réseau de carbures dense. Deux types de carbures, avec différentes morphologie et composition chimique, apparaissent dans la microstructure. Les deux types des carbures sont composés de métaux réfractaires tels que : le tungstène (W,) le molybdène (Mo), le vanadium (V) et le chrome (Cr) dont les pourcentages sont différents, sauf pour le chrome où on remarque que sa valeur est presque constante. La figure III.2 montre la structure de l'acier étudié après durcissement par trempe obtenue par microscope électronique à balayage.

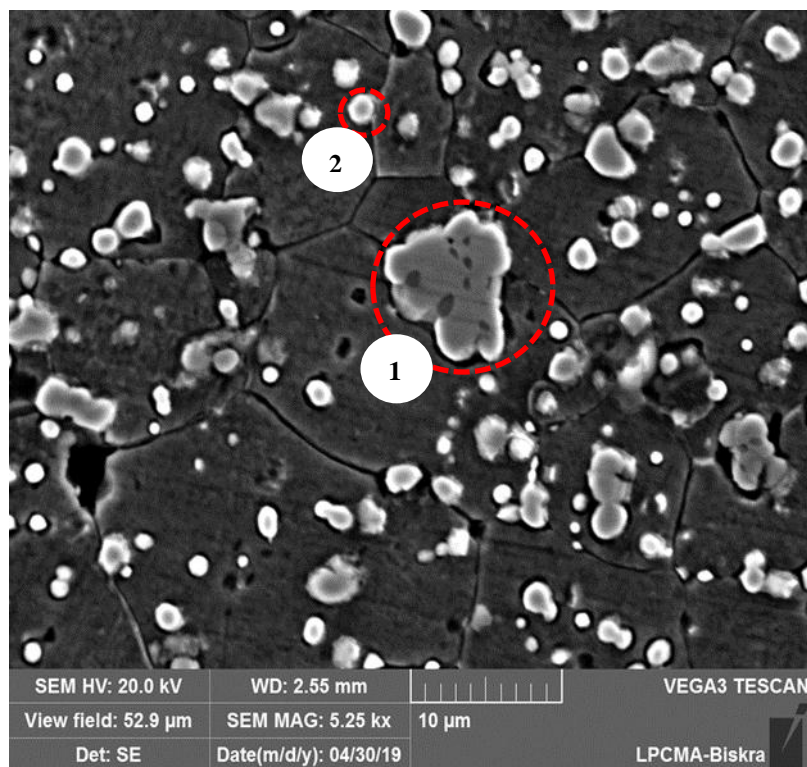


Figure III.2. Micrographie MEB de l'acier étudié après traitement trempe et revenu.

Les grands carbures (*position 1 sur la figure III.2*) ont une forme irrégulière et moins brillants par rapport aux petites carbures (*position 2 sur la figure III.2*) sont en générales des carbures riches en vanadium.

Les précipités de deuxième type ont une forme sphérique est plus brillants. Le pourcentage du chrome reste constant, mais ils sont enrichis en molybdène et tungstène. Ces observations coïncident parfaitement avec ceux obtenus par

N.Sarafianos [2], lors de son étude réalisée pour mis en évidence l'effet de la température d'austénitisation sur ténacité d'un acier rapide.

D'après l'analyse chimique effectuée par EDS, ces précipités sont des carbures de type : M_3C et M_6C essentiellement. Ces particules contribuent à l'augmentation de la dureté des aciers rapides et leurs résistances à l'usure [3,4]. La taille moyenne des précipités formés variée entre 1,3 μm et 7,5 μm . de la figure on observe qu'il y a des précipités caractérisés par leur taille élevée. Ces particules sont appelées précipités primaires. Lors de l'austénitisation de l'acier d'étude la mise en solution des particules n'est pas complète, certains précipités restent après trempe et revenu. Les précipités secondaires (formés après trempe et revenu) sont en général de forme globulaire avec un diamètre plus faible, ce qui influe directement sur les propriétés mécaniques des aciers rapides [5].

L'analyse chimique de précipité (1) et (2) par EDS met en évidence la présence des éléments d'alliage tels que le tungstène, le vanadium, le molybdène et le chrome. L'analyse chimique de précipité (1) par EDS a montré que ce dernier est de type M_3C et le précipité (2) est de type M_6C . Le tableau III.2 représente les compositions chimiques des deux précipités.

Tableau III.2. L'analyse chimique par EDS des deux précipités (1) et (2).

<i>Précipité N° : 01</i>								
Elément	W	Fe	Mo	V	C	Cr	Co	Ti
Wt. %	27.22	25.92	23.59	11.25	7.77	3.85	0.23	0.16
At. %	8.20	25.71	13.63	12.24	35.86	4.10	0.22	0.04
<i>Précipité N° : 02</i>								
Wt. %	22.12	47.72	14.77	2.95	7.78	3.82	0.35	0.49
At. %	6.28	44.60	8.03	3.02	33.80	3.83	0.31	0.13

Ainsi que les spectres d'analyse chimique sont montrés sur la **figure III.3**

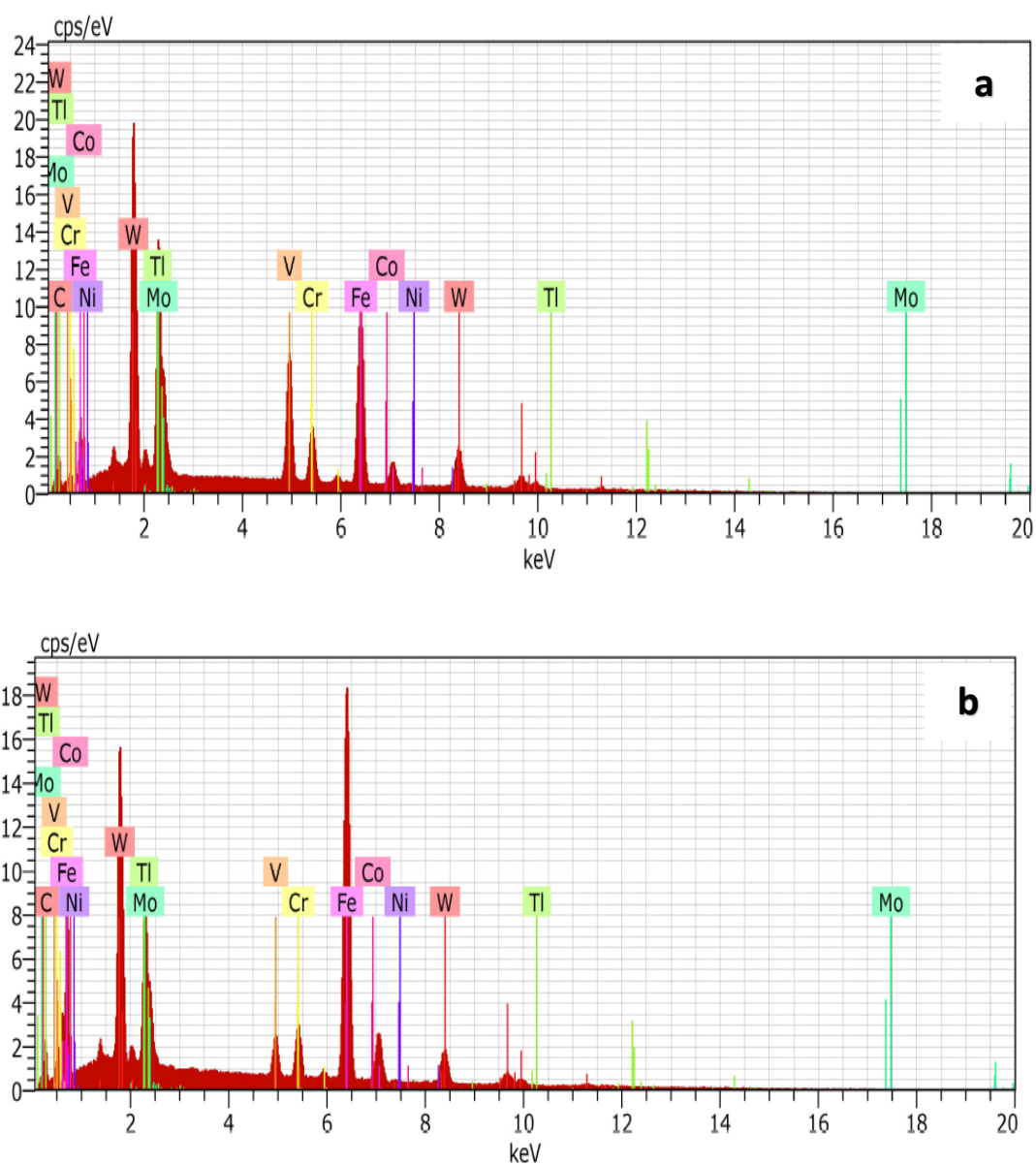


Figure III.3. spectres des analyses chimiques obtenus par EDS des précipités.

a) Précipité (1), b) précipité (2).

Le grossissement des grains dans les aciers rapides est contrôlé par les carbures non-dissous, et spécialement les carbures fins, qui empêchent le mouvement des joints des grains. Ceci est un mécanisme très important qui permet d'obtenir des grains fins même à des températures d'austénitisations assez élevées (si on les compare aux aciers non allié ou faiblement alliés). Le pourcentage du vanadium dans l'acier d'étude est suffisant pour bloquer le grossissement des grains austénitiques, car il participe à la formation de fines et stables particules. Un autre caractère qui caractérise le vanadium est le pouvoir carburigène, d'où l'action du vanadium est le double de celui du tungstène [6]. Si les grains austénitiques sont fins, la structure martensite formée possède une structure à grains fins [7]. La taille moyenne des grains austénitiques est de l'ordre de 15 μm .

III.3.2. Caractérisation par diffraction des rayons X

La Figure III.4 montre le spectre de diffraction des rayons-X de l'échantillon considéré. L'analyse par DRX révèle l'existence des carbures de type M_3C et M_6C dispersés dans une matrice martensitique avec la formation d'un carbure de vanadium de type V_4C_3 . Ces carbures de vanadium sont considérés comme les plus stables.

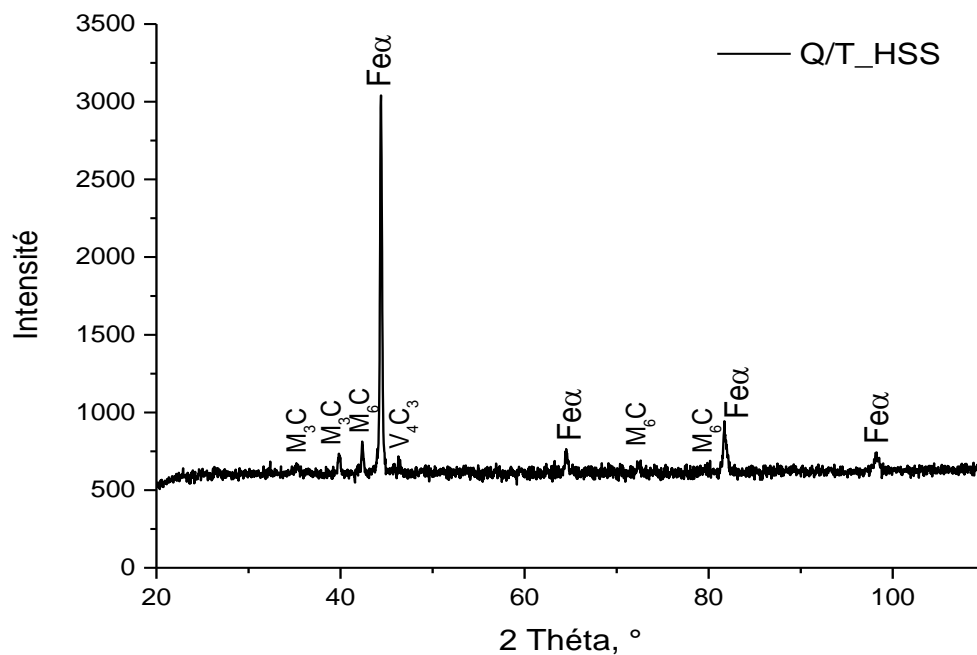


Figure III.4. Spectre des rayons X de l'acier d'étude après trempe et revenu.

III.3.3 Propriétés mécaniques

Comme il est indiqué, le traitement de durcissement par trempe et revenu est un traitement thermique destiné à l'amélioration des propriétés mécaniques des aciers, notamment la dureté. Après trempe et revenu l'acier d'étude acquiert une dureté de l'ordre de 519 Hv. Ce degré de dureté élevé est lié au traitement thermique de durcissement par trempe qui aboutit à une structure martensitique caractérisée par sa grande dureté, et au réseau dense des carbures formés au cours du traitement thermique qui ont participé à l'augmentation de la dureté du matériau.

III.4. DEUXIEME PARTIE : Nituration gazeuse

Pour révéler les différentes microstructures de la nituration, les échantillons sont polis et légèrement attaqués au nital (4 %). Les observations microscopiques sont été réalisées sur les sections perpendiculairement à la direction de diffusion de l'azote.

III.4.1. Caractérisation métallographique

La figure III.5 montre les micrographies des échantillons nitrurés à 550°C à des temps de diffusion de : 2h, 4 h et 6h.

L'absence de la couche de combinaison (couche blanche) dans ce cas est due probablement aux temps de maintiens faibles, ce qui influe directement sur la quantité d'azote diffusée dans la surface de l'acier au cours du traitement de nituration gazeuse.

La quantité d'azote fournie par la dissociation de l'ammoniac dans le four de nituration ne conduit pas à la saturation de la couche superficielle de l'acier en azote, par conséquent la couche de combinaison n'est pas formée.

Le temps de traitement de nituration gazeuse a une grande influence sur la profondeur de la couche nitrurée (couche de diffusion). On augmentant le temps de traitement la quantité d'azote diffusée dans la couche superficielle augment et la couche de diffusion devient plus profonde.

D'après la figure III.5 la couche de diffusion est composée d'une structure martensitique dans laquelle des précipités de différents formes et différentes taille sont dispersés. On remarque aussi que les joints de grains austénitiques antérieurs n'est pas révélée par l'attaque chimique (comme dans le cas de l'acier trempé) ; ceci peut être dû la diffusion d'azote qui apporte des changement sur la structure cristalline des échantillons nitrurés. D'après SCHNEIDER et al. [8], l'azote participe à la formation d'une solution solide d'azote dans le fer α et la formation des précipités d'éléments d'alliage présentant dans l'acier rapide,

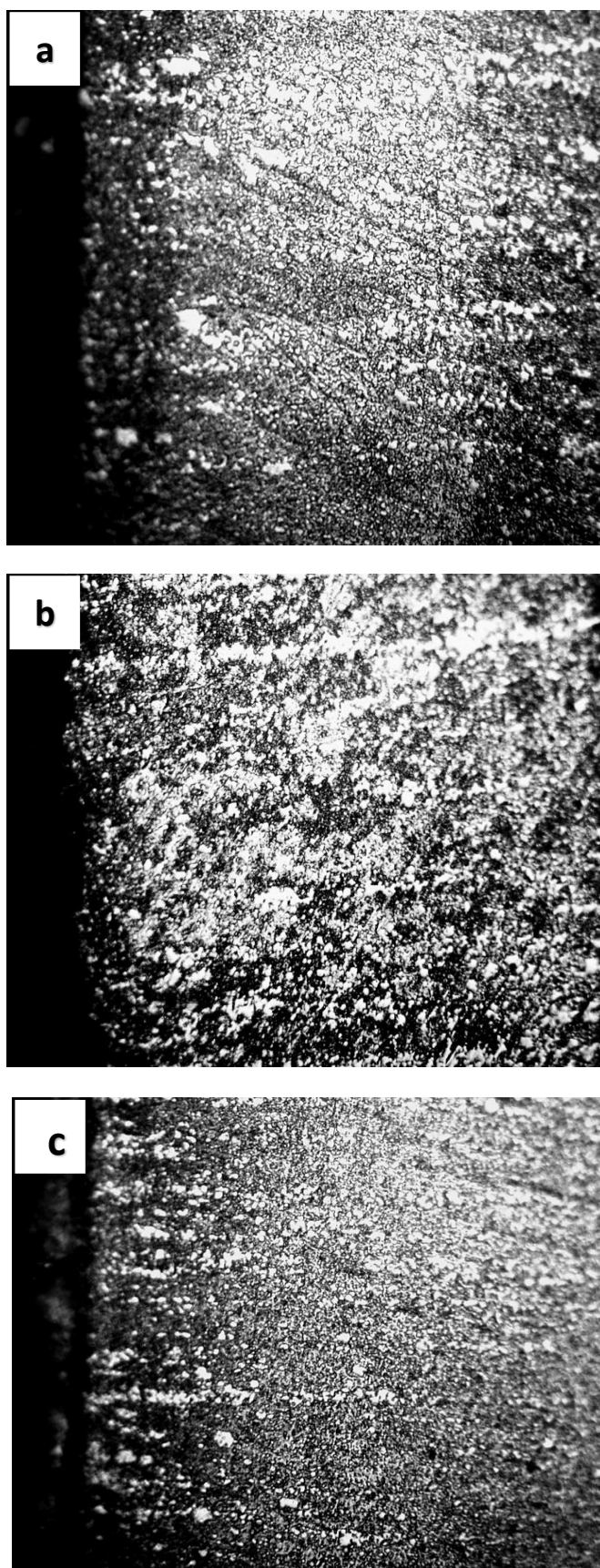


Figure III.5. Micrographies optiques de l'acier rapide M2 après nitruration gazeuse, a) 2h, b) 4h, c) 6h ; X500.

III.4.2. Caractérisation par diffraction des rayons X

Après nitruration gazeuse nous avons remarqué une diminution dans les intensités des pics de la phase $Fe\alpha$ et un décalage vers les faibles angles de diffraction par rapport à l'état trempé et revenu, ce qui confirme qu'une distorsion s'est produite lors du traitement de nitruration gazeuse. Cette distorsion est due à la diffusion de l'azote dans structure cristalline du $Fe\alpha$.

Nous remarquons aussi la formation des oxydes de type Fe_2O_3 et Fe_3O_4 sur les couches nitrurées de tous les échantillons. L'atmosphère de nitruration gazeuse ne contient pas que l'azote, l'oxygène peut exister aussi et conduit à la formation de ces oxydes.

La structure de l'acier nitruré pendant 02 heures (Fig.III.6) est caractérisée par une structure martensitique de revenu dans laquelle une quantité importante des carbures est dispersée. La DRX révèle l'existence des carbures M_3C et M_6C et la formation du carbure de manganèse Mn_7C_3 .

La Figure III.7 représente le diffractogramme de l'échantillon NG4. La structure se compose en plus la martensite, des carbures de type M_3C et M_6C et on observe formation des nitrures comme le nitrure d'aluminium (ALN), le nitrure de molybdène Mo_5N_6 et le nitrure de tungstène W_3N_4 . L'intensité des carbures M_3C et M_6C est diminué ce qui prouve leurs conversion en nitrures.

En augmentant le temps de nitruration d'autres types de nitrures apparaissent dans la structure de l'acier étudié comme le nitrure de fer (Fe_3N) et le nitrure de tungstène complexe $(W, Fe)_3C$ (FigIII.8).

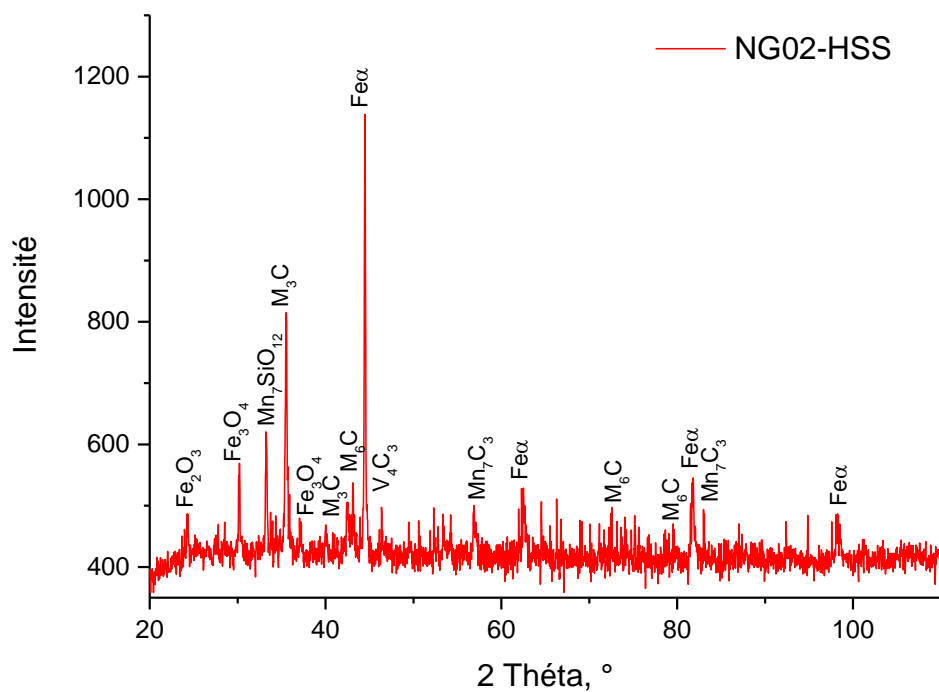


Figure III.6. Diffractogramme de l'échantillon NG2.

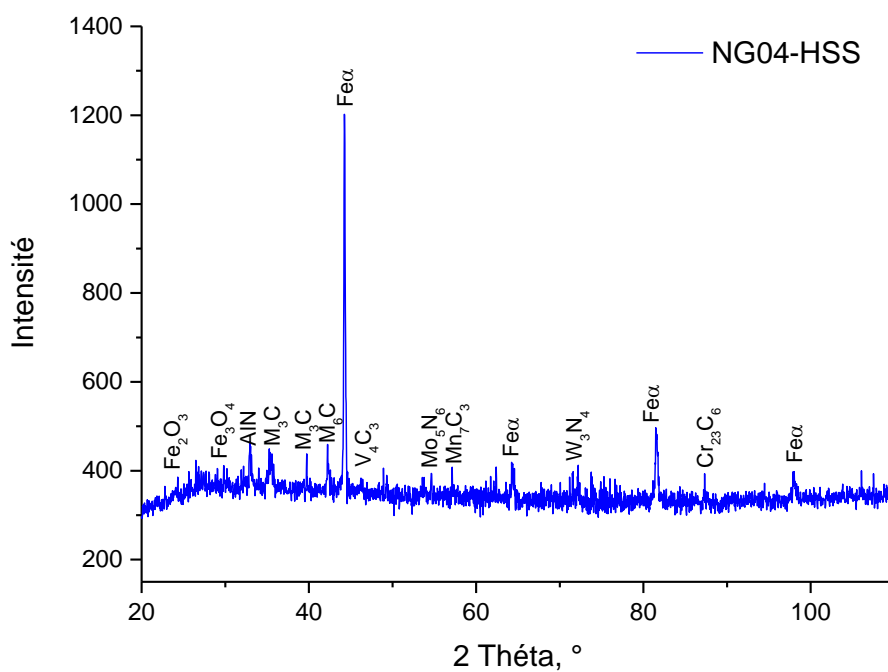


Figure III.7. Diffractogramme de l'échantillon NG4.

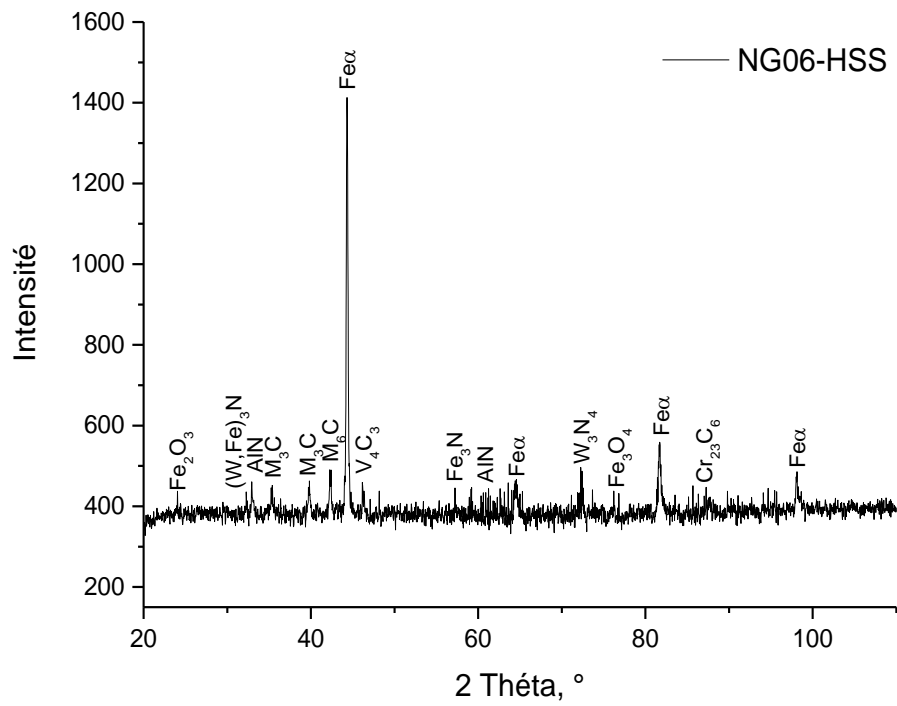


Figure III.8. Diffractogramme de l'échantillon NG6.

III.5. Propriétés mécaniques

Comme il est indiqué, la nitruration est un traitement thermo-chimique destiné à l'amélioration des propriétés mécaniques des surfaces des aciers, notamment la résistance à l'usure et la dureté. A cause de l'apparition, dans les zones nitrurées ; des constituants qui augmentent d'une part la dureté et d'autre part la résistance à l'usure.

III.5.1. Microdureté

Les filiations de dureté ont été réalisées pour chaque échantillon sur la coupe transverse. Les résultats sont présentés sur la Figure III.9. L'étude bibliographique a mis en évidence que les nitrures semi-cohérents et incohérents étaient à l'origine du durcissement des couches nitrurées. La taille des nitrures semi-cohérents dépend seulement de la température de nitruration [9, 10].

D'après les profils présentés, le traitement de nitruration a engendré une augmentation considérable de la dureté de surface en fonction du temps de maintien. Ceci est associé au phénomène de précipitation des nitrures est la conversion de certains carbures en nitrures.

On note une dureté superficielle de l'ordre de **475 Hv** pour un temps de **2 h** et qui passe jusqu'à environ **670 Hv** à **6 h** de maintien. Cette dureté diminuée depuis la surface vers le substrat.

La profondeur de diffusion est définie conventionnellement comme la distance entre la surface, et la couche ayant une dureté correspondant à celle du cœur (mesurée en HV) augmentée de 100 HV [11].

On remarque que le traitement de nitruration gazeuse avec un temps de maintien de 2 heures ne conduit pas à la formation d'une zone de diffusion, ceci peut être dû à la faible quantité d'azote diffusée dans la surface de l'acier d'étude. Par contre, pour les deux autres traitements on constate la formation d'une zone de diffusion avec des faibles profondeurs (34 μm et 43 μm pour 4 h et 6 h respectivement).

La quantité d'azote diffusée dans les deux traitements participe à la formation de cette zone et à la formation de nitrures de fer et d'éléments d'alliage. Ceci est confirmé par l'analyse la diffraction des rayons X. Ces résultats expliquent l'augmentation de la dureté à la surface des échantillons traités.

Certains auteurs ont confirmé que le carbone ne joue aucun rôle sur la dureté des couches nitrurées. L'origine de l'augmentation de la dureté est due à la précipitation des nitrures semi-cohérents à partir des éléments d'alliages en solution solide et de la transformation des carbures initiaux en nitrures incohérents. La dureté de la couche nitrurée dépend de la taille des nitrures et de leur fraction volumique [12].

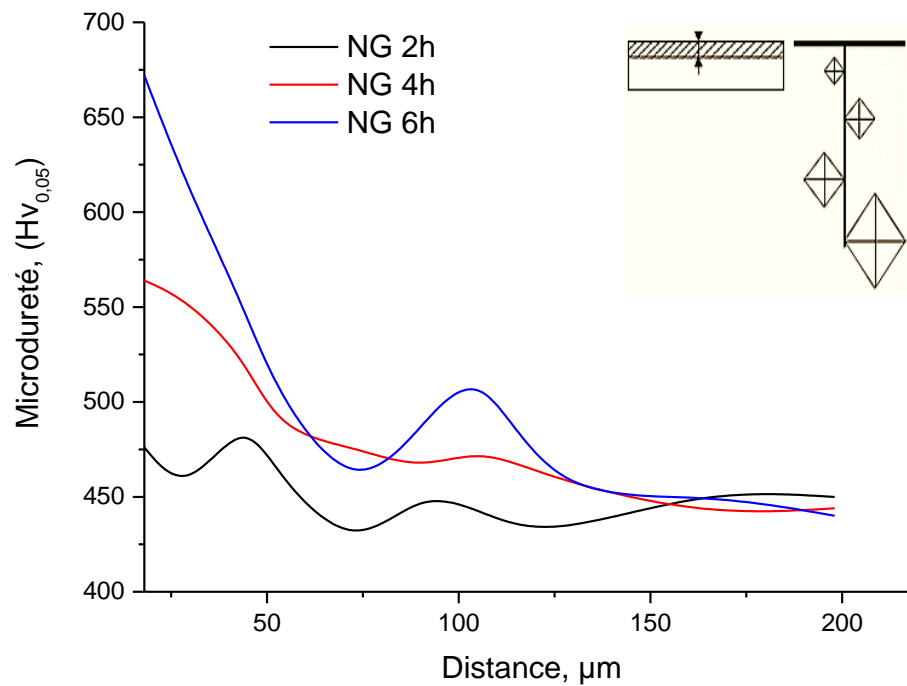


Figure III.9. Profil de microdureté en fonction du temps de maintien.

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Ce mémoire a été consacré à l'étude d'un acier rapide industriel dont la composition chimique est proche de celle d'aciers normalisés tels que AISI M 2. Sur la base de nos résultats issus des investigations entreprises, les conclusions suivantes peuvent être tirées:

- Après durcissement de trempe et revenu, l'acier rapide étudié possède une structure de martensite de revenu avec des fines précipités de taille micrométrique (entre 1,3 et 7,5 μm) dispersés dans la matrice.

- En raison de la grande quantité des précipités dispersés dans la matrice, les joints de grains antérieurs de l'austénite (joints de grains existant juste avant la trempe) sont attaqués préférentiellement à la place de la structure martensitique, ce qui permet de quantifier la taille des grains d'austénite (13 μm).

- Deux types de carbures qui sont obtenus après durcissement de trempe et revenu avec différentes morphologie et composition chimique, apparaissent dans la microstructure. Les deux types des carbures sont composés de métaux réfractaires tels que : W, Mo, V et Cr dont les pourcentages sont différents.

- ces carbure sont des carbures irrégulières et moins brillants, et d'autres sphériques et plus brillants.

- D'après l'analyse chimique effectuée par EDS, ces précipités sont des carbures de type : M_3C et M_6C essentiellement. Ces particules contribuent à l'augmentation de la dureté des aciers rapides et leurs résistances à l'usure.

- Le pourcentage du vanadium dans l'acier d'étude est suffisant pour bloquer le grossissement des grains austénitiques, car il participe à la formation de fines et stables particules.

- Après trempe et revenu l'acier d'étude acquière une dureté de l'ordre de 519 Hv.

- Après la nitruration gazeuse on observe l'absence de la couche de combinaison (couche blanche) dans ce cas est due probablement aux temps de maintiens faibles, ce qui influe directement sur la quantité d'azote diffusée dans la surface de l'acier au cours du traitement de nitruration gazeuse.

- Le temps de traitement de nitruration gazeuse a une grande influence sur la profondeur de la couche nitrurée (couche de diffusion).

- Lorsque on augmente le temps de traitement la quantité d'azote diffusée dans la couche superficielle augment et la couche de diffusion devient plus profonde.

- la couche de diffusion est composée d'une structure martensitique dans laquelle des précipités de différentes formes et différentes taille sont dispersés.
- l'azote participe à la formation d'une solution solide d'azote dans le fer α et la formation des précipités d'éléments d'alliage présentant dans l'acier rapide.
- La structure de l'acier nitruré pendant 02 heures est caractérisée par une structure martensitique de revenu dans laquelle une quantité importante des carbures est dispersée. La DRX révèle l'existence des carbures M_3C et M_6C et la formation du carbure de manganèse Mn_7C_3 .
- le diffractogramme de l'échantillon NG4. La structure se compose en plus la martensite, des carbures de type M_3C et M_6C et on observe formation des nitrures comme le nitrure d'aluminium (ALN), le nitrure de molybdène Mo_5N_6 et le nitrure de tungstène W_3N_4 .
- Lorsque on augmente le temps de nitruration d'autres types de nitrures apparaissent dans la structure de l'acier étudié comme le nitrure de fer (Fe_3N) et le nitrure de tungstène complexe $(W, Fe)_3C$.
- L'étude bibliographique a mis en évidence que les nitrures semi-cohérents et incohérents étaient à l'origine du durcissement des couches nitrurées. La taille des nitrures semi-cohérents dépend seulement de la température de nitruration.
- On remarque que le traitement de nitruration gazeuse avec un temps de maintien de 2 heures ne conduit pas à la formation d'une zone de diffusion, ceci peut être dû à la faible quantité d'azote diffusée dans la surface de l'acier d'étude.
- formation d'une zone de diffusion avec des faibles profondeurs (34 μm et 43 μm pour 4 h et 6 h respectivement).
- La dureté de la couche nitrurée dépend de la taille des nitrures et de leur fraction volumique.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] : R A Mesquita, C A Barbosa, C S Gonçalves & A L Slaviero (2011) Effect of hardening conditions on mechanical properties of high speed steels, *International Heat Treatment and Surface Engineering*, 5:1, 36-40
<http://dx.doi.org/10.1179/174951411X12956208225221>
- [2] : N. SARAFIANOS, The Effect of the Austenitizing Heat-Treatment Variables on the Fracture Toughness of High-Speed Steel.
- [3] : R.O. Ritchie and R.M. Horn: *Metall. Trans.* vol. 9A, pp .41-331, 1978
- [4] : M. Sarikaya, B.G. Steinberg, and G. Thomas: *Metall. Trans.* vol. 13A, pp. 2227-37, 1982.
- [5] : R.A Mesquita, C.A Barbosa, A.R Machado, *Heat Treatment of Tool Steels, Comprehensive Materials Finishing, Volume 2*, doi:10.1016/B978 -0-12-803581-8 .09191-8.
- [6] : M. ATHMANI, “Amélioration des propriétés de surface d’un acier à outil de travail à chaud par des traitements thermiques et thermochimiques (Cémentation),” Mémoire Magistère, Université de Annaba, Algérie, 2011.
- [7] : T. A. Neumeier: *Met. Trans.*, 3, 2281–2287, 1972.
- [8] : R.S.E. SCHNEIDER, H HIBLER. Influence Of increased nitriding temperatures on the hardness profile of low-alloy. *Streets , journal of materials*, p.1737-1744, 33(1998).
- [9] : J.N. LOCQUET, “Caractérisation métallurgiques et mécaniques de couches nitrurées, relation microstructure comportement,” Thèse de doctorat, ENSAM Aix-en-Provence, 1998.
- [10] : C. GINTER, “ Influence des éléments d’addition sur l’enrichissement d’azote et le durcissement d’aciers nitrurés,” Thèse de doctorat, Université de Nancy, 2006.
- [11] : J.BANALIS, G.MEADER, *Précis de métallurgie-Elaboration, structure, propriétés, normalisée ; Edition Nathau 1997.*
- [12] : G. FALLOT, “Rôle du carbone lors de la nitruration d’aciers de construction et influence sur les propriétés mécaniques, ” Thèse de doctorat, Arts et Métiers ParisTech, 2015.

Résumé

L'objectif de ce travail est d'étudier l'influence de traitement thermochimique (nitruration gazeuse) sur le comportement mécanique d'un acier rapide proche de AISI M2 utilisé dans les outils de coupe, La différence dans la composition chimique réside dans l'éléments Carbone. La caractérisation métallurgique est effectuée par le biais de techniques métallographiques, de la microscopie optique (MO) et électronique à balayage (MEB) équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie X-Ray (EDS) et les techniques de diffraction des rayons X. Les propriétés mécaniques sont déterminées principalement par les essais de microdureté. Les résultats obtenus montrent que la nitruration gazeuse permet une augmentation de la dureté en surface du matériau étudié que le temps de traitement augmenta.

Abstract

The aim of this work is to study the influence of thermochemical treatment (gas nitriding) on the mechanical properties of high speed steel close to AISI M2 used in cutting tools, The major elemental composition difference is in carbon. Metallurgical evaluations are carried out using metallographic techniques, optical (MO), scanning electron microscopy (SEM) equipped with an energy-dispersive X-Ray spectrometer (EDS) and X-ray diffraction techniques. Mechanical properties are achieved mainly by standard microhardness. The obtained results show that gaseous nitriding increase significantly the surface hardness of the studied material when the treatment time increased.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير المعالجة الكيميوحرارية (النترجة الغازية) على الخصائص الميكانيكية للفولاذ السريع قريب من صيغة AISI M2 المستخدم في صناعة أدوات القطع, مع وجود اختلاف في عنصر الكربون. تمت الاستعانة بالمجهر الضوئي و الالكتروني الماسح و التحليل بالاشعة السينية لتحديد البنية, اما الخصائص الميكانيكية فقد درست باستعمال جهاز قياس الصلابة. اظهرت النتائج ان النترجة الغازية تعمل على زيادة الصلابة السطحية للمادة التي شملتها الدراسة كلما زاد وقت المعالجة.