



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 : Génie Métallurgie

Réf. : Entrez la référence du document

Présenté et soutenu par :

Taha mohamed DJEDI

Le : lundi 27 juin 2022

Nitrocarburation ionique de l'acier 42CD4: microstructure et propriétés mécaniques

Jury :

Dr	M. Mounir DJELAB	MCA	Université de Biskra	Président
Dr	M. Fatah CHOUIA	MCA	Université de Biskra	Examineur
Dr	M. Moussa ATHMANI	MAA	Université de Biskra	Rapporteur

Dédicace

Je dédie ce mémoire :

A ma mère

A la mémoire de mon père

A mon frère et mes sœurs

***A tous mes amis Hamza, Nouredine,
Fathallah, Lahcen.***

Remerciements

Je remercie particulièrement et chaleureusement 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. Mounir DJELAB , Dr. Fateh CHOUIA

Liste des tableaux

Tableau II .1 composition chimique de l'acier 42 CD4

Tableau II .2 caractéristiques mécaniques conventionnelles

Liste des figures

- Figure I.1** procédé de cémentation gazeuse
- Figure I.2** Austénite résiduelle dans une couche cémentée et durcie partrempe
- Figure I.3** Micrographie d'une couche cémentée par plasma pendant 2h d'un acier
- Figure I.4** Micrographie optique de la surface nitrurée de l'acier 33CrMoV12-9
- Figure I.5** Four vertical de nitruration.
- Figure I.6** Couche de boruration sur l'engrenage
- Figure I.7** Micrographies MEB des coupes transversales d'un acier faible teneur en carbone après boruration à 940 °C pendant 2 h
- Figure I.8** Micrographie MET d'un acier AISI 1015, nitrocarburé à 870°C.
à 1000µm de la surface. à 100µm de la surface
- Figure I.9** Profil d'un acier carbonitruré
- Figure I.10** structure d'une surface d'un acier à outils H13 Nitrocarburé à 570 °C pendant 60 minutes.
- Figure I.11** profil de concentration d'un acier nitrocarburé.
- Figure II.1** Polisseuse PHOENIX ALPHA.
- Figure II.2** Four électrique NEBERTHERM.
- Figure II.3** Cycle de traitement de durcissement par trempe et revenu.
- Figure II.4** Four industriel de nitrocarburation ionique utilisé dans notre étude
- Figure II.6** microscope optique.
- Figure II.7** Diffractomètre des rayons X « RIGAKUMini Flex 600 »
- Figure II.8** a) Duromètre Zwick/Wolpert, b) la forme de l'empreinte Knoop.
- Figure III.1** micrographie optique de l'acier 42CD4 après trempe et revenu.
- Figure III.2** Diagramme d'équilibre Fe-N.
- Figure III.3** Micrographies optiques des coupes transversales des échantillons PNC5, PNC7 et PNC9.
- Figure III.4** Diffractogrammes des échantillons nitrocarburés à 520 °C pendant 2 heures sous différentes quantités de méthane.

Figure III.5 profiles de microdureté des coupes transversales des échantillons nitrocarburés à 520 °C pendant 2 heures sous différentes quantités de méthane.

La figure III.6 Profondeur de la couche nitrocarburée des échantillons PNC5, PNC7 et PNC9.

Figure III.7 Evolution de la dureté de la couche de combinaison en fonction de la quantité de méthane.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
Chapitre I : Etude bibliographique	
I. LES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES.....	3
I.1 . Introduction.....	3
I.2.Cémentation.....	3
I.2.1. Cémentation solide :.....	4
I.2.2. Cémentation liquide :.....	4
I.2.3.Cémentation gazeuse:.....	4
I.2.3.1.Cémentation ionique.....	6
I.3. Nitruration.....	6
I.3.1. Introduction.....	6
I.3.2.Principe et procédés de la nitruration.....	7
I.3.2.1.Principe.....	7
I.3.2.2. Procédés de la nitruration.....	7
I.3.3. Nitruration en bain de sels.....	7
I.3.4. La nitruration ionique (assistée par plasma).....	8
I.3.5. La nitruration gazeuse.....	8
I.4. Laboruration:.....	11
I.5. Carbonitruration.....	13
I.5. 1.Carbonitruration à basse température (600-700 °C).....	14
I.5. 2.Carbonitruration (750- 880°C).....	14
I.6. La nitrocarburation.....	15

I .6.1 définition.....	15
I .6.2.Principe de la nitrocarburation.....	17
I .6.3. Processus.....	18
I .6.4.Propriétés des couches nitrocarburees.....	19
I.6.5. La dureté.....	19
I .6.6. Résistance à l'usure.....	19
I .6.7. Résistance à la fatigue.....	20
I.6.8. Résistance à la corrosion.....	20
I .6.9.Les distorsions.....	21
Références bibliographiques.....	23
 CHAPITRE II: MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	
II.1. Introduction.....	28
II.2. Matériaux étudiés.....	28
II.3. Préparation des échantillons.....	28
II.3. 1.Polissage.....	28
II.3. 2.L'attaque chimique.....	29
II.4. Traitements thermiques.....	29
II.4.1. Trempe.....	30
II.4.2. Revenus	30
II.5. Traitement de nitrocarburation ionique.....	31
II.6.Caractérisations microstructurale et mécanique.....	33
II.6.1. Etude microstructurale.....	33
II.6.1.1.Microscopie optique.....	33
II.4.1.3. Détermination des phases en présence par diffraction des Rayons-X.....	33
II.5.3. Propriétés mécaniques.....	35
II.5.3.1. Microdureté.....	35
Références bibliographiques.....	38

CHAPITRE III: RESULTATS ET INTERPRETATION

III.1. Introduction.....	40
III .2. Effet du traitement thermique	40
III .3. Traitement de nitrocarburation ionique.....	41
III.3.1. La zone de diffusion.....	44
III .3.2. Analyse par diffraction des rayons X.....	44
III .3.3.Comportement mécanique des couches nitrocarburees.....	46
III .3.3.1.Microdureté	46
III .3.3.2.La microdureté Knoop.....	48
CONCLUSION GENERALE	51
Références bibliographiques.....	53

Introduction générale

Introduction general

La modification des propriétés de surface peut être effectuée par les méthodes suivantes: (1) Changer la métallurgie de la surface, comme le durcissement par trempe superficielle; (2) changer la chimie de surface, par exemple par la cémentation, la nitruration, la boruration, ...etc; (3) déposer une couche mince ou un revêtement sur la surface, par exemple, par la projection thermique, dépôt physique en phase vapeur (PVD) et dépôt chimique en phase vapeur (CVD). Ces méthodes garantissent que les caractéristiques et les propriétés souhaitées des composants peuvent être obtenues, telles que l'amélioration de la résistance à la corrosion et de la résistance à l'usure, une fatigue et une ténacité améliorées, et des propriétés mécaniques améliorées [1]. Parmi ces méthodes de traitement de surface, le processus de nitrocarburisation a été largement adopté par l'industrie pour conférer une couche dure et résistante à l'usure aux aciers tout en maintenant la ductilité du cœur de la pièce afin de résister au choc qui se produit pendant le service [2].

La nitrocarburisation est un thermo-chimique qui implique l'enrichissement de l'azote et du carbone à la surface des métaux ferreux [3]. La couche de combinaison se compose des phases suivantes : γ' -Fe₄(C,N) et/ou ϵ -Fe₂₋₃(C,N), ces phases sont conçues pour améliorer la dureté, l'usure, la résistance à la corrosion des aciers, et la phase ϵ -Fe₂₋₃(C,N) qui offre une meilleure résistance à la corrosion que la phase : γ' -Fe₄(C,N) [4]. En plus, la résistance à la fatigue et la ténacité sont également améliorées par la formation d'une couche de diffusion [5], dans laquelle les atomes d'azote et de carbone entrent en solution solide d'interstition dans le réseau ferritique et pour les aciers alliés ils participent aussi à la formation des nitrocarbures des éléments d'alliage [6]. Au cours des dernières décennies, des efforts ont été faits pour développer une technique de nitrocarburisation ionique, car il présente de nombreux avantages, en particulier en termes de protection de l'environnement et la possibilité de contrôler la morphologie de la couche nitrocarburée [7].

L'intention de ce travail s'est concentrée principalement sur la comparaison des effets de divers pourcentages de méthane (CH₄) sur le comportement microstructural et mécanique de l'acier 42CD4 après nitrocarburisation ionique. La microscopie optique (OM) a été utilisée pour évaluer la microstructure des échantillons après processus de nitrocarburisation ionique. La technique de diffraction des rayons X (DRX) a été utilisée pour analyser la nature des phases formées sur la surface en fonction de différents pourcentages de méthane utilisé dans le traitement de nitrocarburisation ionique. Des tests de dureté Vickers ont été effectués sur des

coupes transversales des échantillons nitrocarbures pour évaluer la dureté de la couche de combinaison et de la zone de diffusion sous-jacente.

Ce mémoire comprend trois chapitres. Tout d'abord un chapitre consacré à une étude théorique sur les différentes techniques de traitement thermochimiques utilisées dans l'industrie. Le deuxième chapitre présente les techniques expérimentales utilisées. Tout d'abord on présente le matériau et les conditions de traitement thermochimique par nitrocarburation ionique. Puis, on expose les différentes techniques de caractérisations microstructurales et mécanique. Le troisième chapitre est consacré à la présentation et l'interprétation des résultats obtenus. Enfin, ce mémoire s'achève par une conclusion générale.

Chapitre I

Etude bibliographique

I. LES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES

I.1 Introduction

Les traitements thermochimiques des aciers sont effectués pour améliorer leurs propriétés de surface. Le mécanisme de base est la diffusion d'un ou plusieurs espèces chimiques dans l'acier à des températures généralement élevées. Dans certains cas, le processus est suivi d'une trempe et d'un revenu, alors que dans d'autres cas, il ne nécessite qu'un refroidissement à l'air. Les éléments diffusants peuvent être de l'azote, du carbone ou du bore, ces procédés sont donc appelés nituration, nitrocarburation, cémentation, carbonituration ou boruration. Ces traitements de surface sont d'une grande importance industrielle car ils augmentent les propriétés mécaniques et chimiques des couches externes des pièces à traiter. Selon le processus choisi, la surface traitée exhibera une résistance à l'usure et à la corrosion plus élevée et aura une dureté élevée [8].

I.2. Cémentation

La cémentation est un processus de saturation en carbone de la couche superficielle de l'acier et ayant pour but principal, l'obtention d'une surface dure et résistance à l'usure par enrichissement de la couche superficielle en carbone jusqu'à une concentration comprise entre 0,8 à 1,2 % C, les couches obtenues subiront une trempe ultérieure suivie d'un revenu à basse température. Ce procédé améliore aussi la limite de fatigue.

Le choix de la nuance d'acier est essentiel pour que le cœur de la pièce garde sa ductilité. Il existe trois processus essentiels de cémentation: par agents solides contenant du carbone, par gaz et par agents liquides. Généralement, la profondeur maximum de pénétration est de 2 mm, donc il est sollicité que les différentes opérations d'usinage doivent être effectuées avant le traitement de cémentation, c'est à dire, les pièces à coller sont fournies après usinage et doivent alors être pourvues d'une surépaisseur de meulage de 0,05 à 0,1 mm, ou après finition. [9]

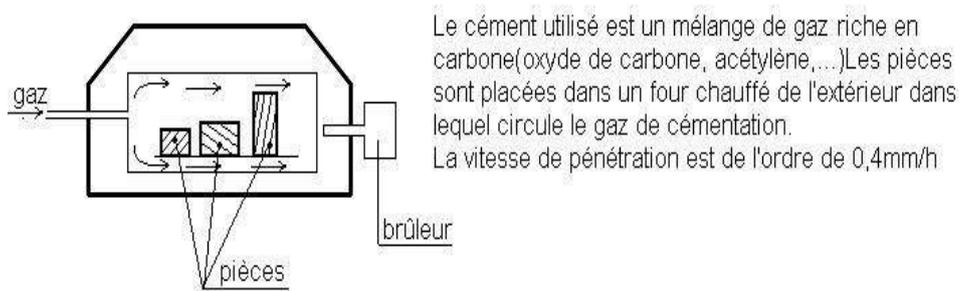


Figure.I.1 : procédé de cémentation gazeuse [10].

I.2.1. Cémentation solide :

Dans cette opération est un ciment solide, Le plus courant est le charbon de bois. Accélérer la carburation, on ajoute au charbon des activateurs dont le carbonate de baryum $BaCO_3$ et le carbonate de sodium Na_2CO_3 à raison de 10 à 40 % du poids du charbon. Le ciment solide largement utilisé se compose de charbon de bois, de 20 à 25% de $BaCO_3$ et jusqu'à 3,5% de $CaCO_3$. Les pièces sont placées dans des caisses soudées en acier, ou plus rarement, en fonte. La température de cémentation varie de 900 à 940 °C. Après cémentation, les caisses ne sont ouvertes qu'après leur refroidissement à l'air jusqu'à 400 ou 500°C. Le carbone atomique est obtenu de la manière suivante :



L'ajout de carbonate rend le ciment plus actif et enrichit l'atmosphère de cémentation dans le monoxyde de carbone :



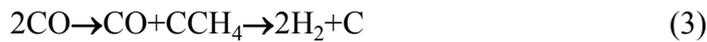
I.2.2. Cémentation liquide :

Les pièces sont plongées dans un bain de sel fondu à base de cyanure de baryum et de sodium vers 980°C. Cette technique relativement simple de mise en œuvre permet un chauffage homogène et une action chimique régulière. [9]

I.2.3. Cémentation gazeuse:

La cémentation gazeuse est la plus utilisée. Elle se fait industriellement à partir d'une atmosphère obtenue par installation et décomposition thermique (combustion) d'hydrocarbures, qui se caractérise par un potentiel carbone. Le potentiel carbone de l'atmosphère est défini comme « la

teneur en carbone de la surface d'un échantillon de fer pur en équilibre avec le milieu cimentaire dans les conditions employées ». Il y a carburation si, initialement l'activité du carbone dans le métal est inférieure au potentiel carbone de l'atmosphère. Dans le cas inverse, il y a décarburation du métal. Quand ces deux variables sont égales le système est à l'équilibre et n'évolue pas. Les gaz tels que l'oxyde de carbone et le méthane réagissent à chaud à la surface de l'acier, de telle sorte que le carbone libérés s'insère dans le réseau cubique à face centrée du fer [9].



Lors du processus de cémentation, les éléments manganèse, chrome et silicium présents dans l'acier dans la partie superficielle de la couche d'enrichissement peuvent être oxydés. En raison de la réduction de la trempabilité qui en résulte, des composants autres que la martensite peuvent se former pendant la trempe, ce qui aura pour effet de réduire considérablement la résistance à la fatigue. La formation d'oxydes internes est typique de la cémentation gazeuse. Les quantités des oxydes internes formés et leur profondeurs dépend de sconditions de la cémentation (température ,temps...), plus la profondeur de la:

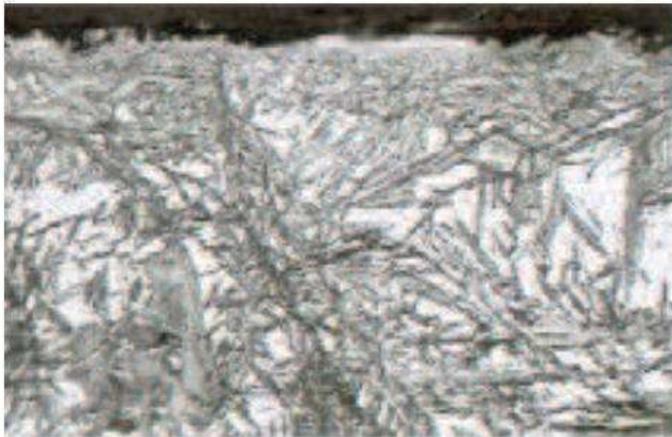


Figure.I . 2 :Austénite résiduelle dans une couche cimentée et durcie par trempe [10].

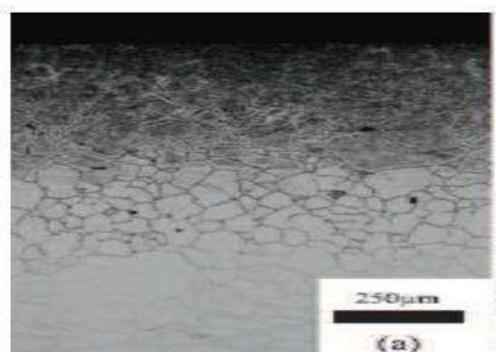


Figure.I . 3 :Micrographie d'une couche cimentée par plasma pendant 2h d'un acier[10].

I.2.3.1.Cémentation ionique

- Les pièces à coller sont placées sous pression réduite au niveau de la cathode au sein d'une enceinte contenant des hydrocarbures. L'application d'une différence de potentiel entre l'anode et la cathode (la pièce) entraîne la formation d'une décharge dans l'enceinte et la formation d'une couche luminescente autour de la pièce dont le chauffage est assuré par le plasma. De manière très simple, le gaz combustible est décomposé pour fournir du C libre. Par rapport aux autres techniques de cimentation, la cimentation au plasma offre les avantages suivants :
- Possibilité d'effectuer un décapage ionique préalable de la surface à cémenter afin nettoyer.- Transfer plus rapide de carbone dans l'acier.
- Meilleur contrôle des paramètres de traitement et de la productibilité.-Plus basse consommation de gaz et d'énergie.
- Absence de pollution de l'environnement.
- Plus grande propreté et absence d'oxydation superficielle des pièces traitées;
- Possibilité de réaliser des zones cémentée strès précisément dé limitées [14].

I .3. Nitruration

I.3.1. 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[15].La nitruration est un processus thermochimique par lequel la surface d'un métal ferreux est enrichie au nitrogène dans le but d'améliorer la résistance à l'usure des composants. Lors de la carbonitruration, non seulement le nitrogène, mais aussi des petites quantités de carbone sont impliquées dans le processus. Le résultat obtenu est une couche nitrurée constituée par la couche de combinaison ou couche blanche et la couche de diffusion, se trouvant juste au- dessous de la couche décombinaison. Le processus de nitruration et carbonitruration utilisant du gaz ou un bain de sel a été développé en Allemagne et aux Etats-Unis au début du 20ème siècle. Le développement de la nitruration par bombardement ionique a commencé dans les années 30, mais n'a été commercialisé qu'au début des années Toutes ces trois méthodes de nitruration comportent des avantages et le choix d'une méthode en particulier va dépendre de l'application spécifique du composant nitruré. La nitruration produit un revêtement dur résistant à l'usure sur les aciers au carbone et aciers

faiblement alliés, ainsi que la fonte. De plus, la résistance à la fatigue se trouve nettement améliorée et l'oxydation de la surface nitrurée améliore la résistance à la corrosion [16].

I.3.2.Principe et procédés de la nitruration

I.3.2.1.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.

I.3.2.2. Procédés de la nitruration

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

I.3.3. Nitruration en bain de sels

La réaction de nitruration peut être obtenue par décomposition thermique de cyanures de métaux alcalins (potassium ou sodium) à des températures de nitruration de 500 à 550°C. Différents bains industriels, à base de cyanate et de carbonate, permettent d'activer la nitruration en insufflant de l'air qui réagit alors plus rapidement. Des couches de nitrure combinées plus épaisses (composés de e) peuvent être formées, mais généralement les couches de diffusion sont plus faibles et une température élevée n'atteint pas des valeurs de contrainte significatives. Le principal problème de cette technologie est l'élimination des déchets et des effluents [19].

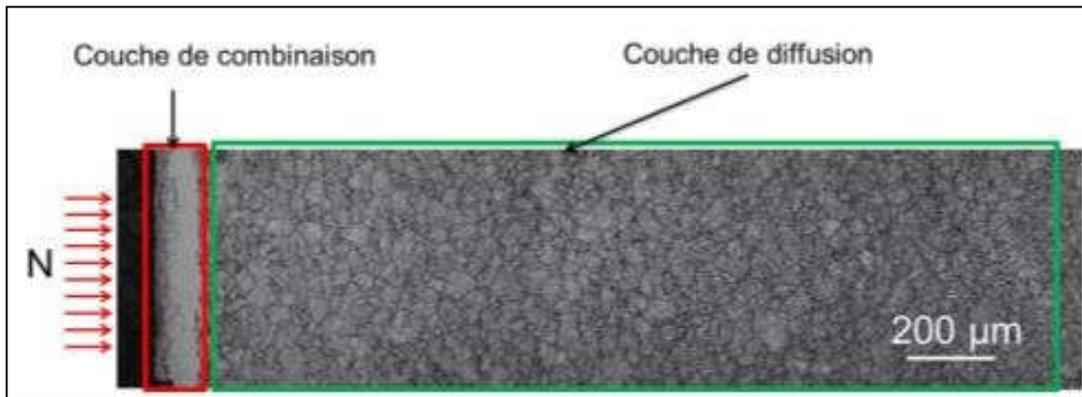


Figure.I.4 : Micrographie optique de la surface nitrurée de l'acier 33CrMoV12-9 [12]

I .3.4. La nitruration ionique (assistée par plasma)

Une tension continue a été appliquée entre les deux électrodes dans une enceinte contenant un mélange gazeux à base d'azote à une pression de 10 à 1×10^3 Pa. L'échantillon à traiter agit comme les parois des cellules de cathode et d'anode. Le courant et la tension sont sélectionnés pour induire une décharge lumineuse qui module la sortie et l'accélération des électrons libres de l'échantillon métallique vers la surface anodique du four. Lorsque ces électrons entrent en collision avec des molécules de gaz proches de la surface de l'échantillon, ils s'ionisent, c'est-à-dire qu'ils libèrent un ou plusieurs électrons de valence, qui peuvent entrer en collision avec d'autres molécules et libérer d'autres électrons. De plus, le champ électrique à proximité de la cathode et de l'anode est suffisamment élevé pour provoquer une ionisation atomique de l'atmosphère gazeuse à proximité du composant. Par conséquent, ce groupe de particules ionisées constitue le plasma 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 [19].

I .3.5. La nitruration gazeuse

La nitruration en phase gazeuse est réalisée dans des fours à sole ou à cuve équipés de moyens de circulation forcée des gaz constituant l'atmosphère de nitruration (Figure I.5) [20].

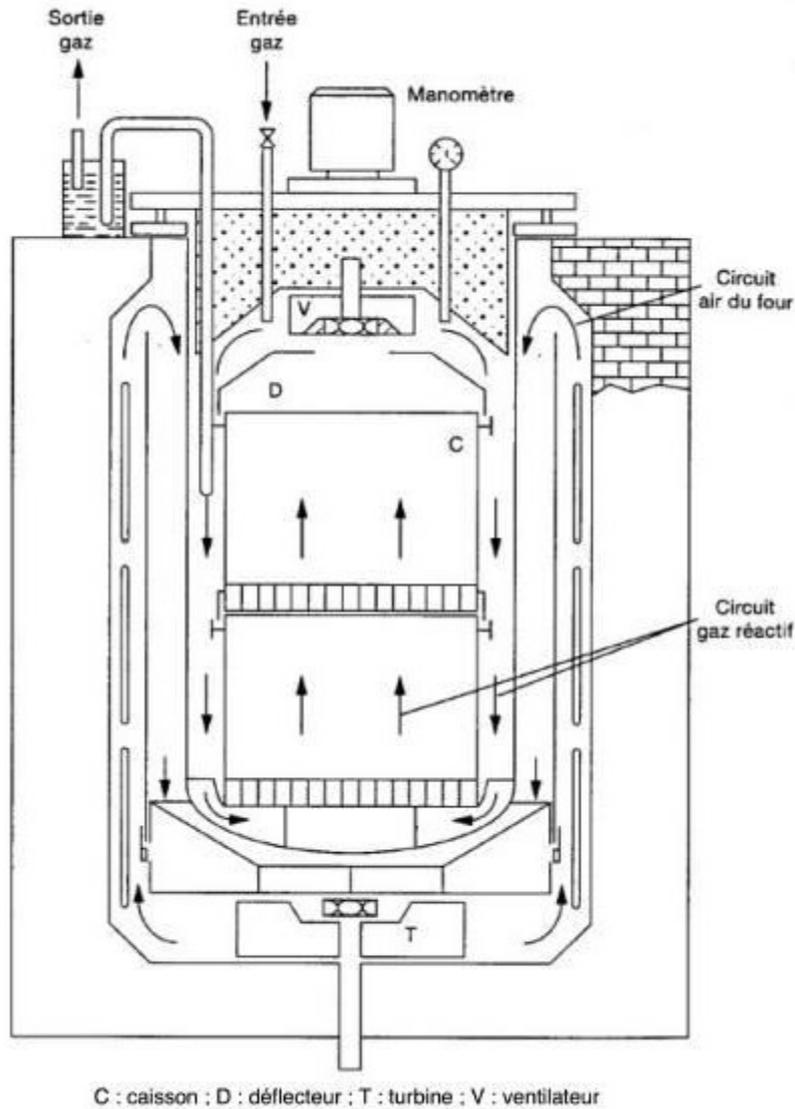


Figure I.5. Four vertical de nitruration [20].

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)[20].

Le gaz ammoniac est injecté dans un four fermé avec un four à moufle métallique (cornue ou cloche) équipé d'un mélange d'atmosphère parfait et d'une haute précision de température. L'atmosphère est en légère surpression, et à température et charge partielles données, le débit de gaz dans le four fixe la vitesse de dissociation de l'ammoniac en fonction de la réaction :



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

Au contact de l'acier la molécule de NH_3 subit un craquage catalytique en NH_2 , NH , N et H :



Une partie de l'azote naissant produit diffuse à la surface de l'acier, tandis que l'autre partie est désorbée pour former des molécules de N_2 . La diffusion de l'azote dans le matériau dépend de la concentration locale en azote atomique.

La phase α est rapidement saturée en azote et la phase γ' (Fe_4N) ou ε (Fe_{2-3}N) émerge par nucléation locale. Ces phases croissent à mesure que l'azote continue à se diffuser dans la structure en acier. La croissance de γ' et ε conduit à la formation d'une couche de liaison, qui fournit 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 est intrinsèquement dépendante du temps, de la température et du potentiel azote. Sur les aciers à outils pour travail à chaud, la profondeur de nitruration ne doit pas dépasser 300 μm pour ne pas favoriser la fissuration de surface. Sur l'acier de construction, il est sélectionné pour les contraintes et tout besoin de correction post-traitement.[21].

I.4. La boruration:

La boruration est un traitement Thermo-chimique pour métaux ferreux, qui résulte en une surface de Borure de Fer très dure et résistante à l'usure. Ce traitement est idéal pour les pièces ayant des exigences élevées en matière de résistance à la corrosion qui sont exposées à la fois à une usure abrasive et adhésive. En principe, tous les métaux ferreux conviennent à la boronisation, mais il est important de noter que la teneur en silicium doit être maximisée. 1 %, l'aluminium doit être < 0,005 %. Le plus grand avantage de la boruration est que la dureté de surface obtenue est 3 fois supérieure à l'état non traité et 2 fois plus dure que la nitruration ou la trempe. La résistance à la soudure à froid (frottement/grippage de matière) sera moins bonne. La résistance à la corrosion reste raisonnable dans les milieux alcalins et acides non oxydants avec une bonne résistance à la cavitation. Les applications typiques sont des robinets-vannes dans l'industrie chimique, vis, têtes de spin, outils de soufflage dans l'industrie du verre, vannes rotatives de dosage et plaques d'usure.[22]

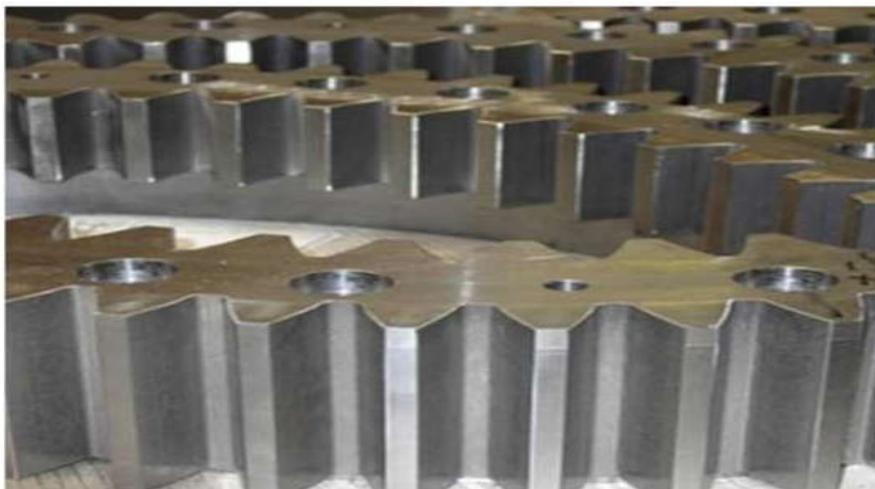


Figure.I . 6: Couche de boruration sur l'engrenage

La boruration est l'une des méthodes récentes de durcissement de surface, qui peut être appliquée à n'importe quel matériau ferreux mais elle est généralement adoptée pour les aciers au carbone et les aciers à outils.

Il existe différents procédés de boruration : boruration liquide (réactions électrochimiques et chimiques dans les sels fondus ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (850-1050°C), KBF_4 (600-850°C)), boruration gazeuse (acétate d'éthyle en présence de H_2 Borane B_2H_6 , halogénures (BF_3 , BCl_3 , BBr_3 , boruration solides (B_4C , SiC , KBF_4), ($\text{B}_4\text{C}+\text{Na}_2\text{CO}_3$) et boruration ioniques.

Dans le cas de la boruration solide, les composants sont conditionnés dans une boîte résistante à la chaleur contenant un mélange granulaire ou pâteux de carbure de bore ou d'autres composés de

bore avec des activateurs et des diluants ajoutés à 900-1000 ° C. Le bore diffuse vers l'intérieur et forme des couches de borure de fer (Fe B et Fe₂B). La phase Fe B est formée sur la surface extérieure, tandis que la phase Fe₂B est formée à l'intérieur. La phase Fe B est plus fragile et moins désirable. Une température plus élevée, un temps de traitement plus longs et des aciers fortement alliés favorisent la formation de la phase Fe B. Les couches de borure sont très dures. La dureté des couches de borure produites sur les aciers au carbone dépasse celle de l'électrodéposition de chrome dur, des aciers à outils trempés et du carbure de tungstène. La dureté des couches de borure sur l'acier est comprise entre 1500 et 2100HV. Les profondeurs des couches de borure varient de 0,012 à 0,127 mm, selon le matériau et l'application, la profondeur de couche étant adaptée à l'application prévue:

- Couches épaisses (jusqu'à 0,127 mm) - pour une usure abrasive.
- Couches minces (jusqu'à 0,025 mm) - pour réduire l'adhérence et la friction.

Le temps de traitement requis pour une profondeur de couche de 0,15 mm est de 6 heures à environ 900 ° C. Dans ce processus, la température de traitement est si élevée qu'il n'est pas nécessaire de durcir la pièce avant la boruration. Uniquement dans le cas des aciers à outils, une trempe et un revenu après boruration sont nécessaires pour obtenir les propriétés mécaniques souhaitées.

La boruration ne peut être appliquée que de manière sélective sur les zones à durcir. La couche de borure peut être polie à une finition élevée. Il peut être appliqué uniformément sur des formes irrégulières.

La boruration augmente la durée de vie des outils et des moules en améliorant la résistance à l'usure abrasive, glissante et adhésive. Il réduit l'utilisation de la lubrification car son faible coefficient de friction. Mais une température de processus élevée peut entraîner la distorsion du composant. De plus, le composant présente une faible résistance à la fatigue et à la corrosion.

Cependant, en raison des avantages liés à l'usure fournis par la couche de bore, associés à la rentabilité d'une large gamme de substrats et de processus compatibles, la boronisation est utilisée avec succès dans l'acier au carbone résistant à l'usure pour les composants généraux. De plus, en raison de sa résistance à la température et à l'usure, la boruration est également un bon choix pour certaines applications d'outils, telles que les matrices de forgeage à chaud, les matrices de tréfilage, les matrices d'extrusion, les rouleaux de redressement, les matrices de coulée de lingots, etc. Il est également utilisé pour les composants généraux, notamment les buses, les plongeurs, les engrenages, les arbres et les rouleaux. Les composants pétroliers et gaziers (tubes de production, composants de vannes, garnitures de vannes, joints métalliques, buses de brûleurs à charbon /

mazout, etc.) utilisent également cette technologie. D'autres applications diverses incluent les composants de turbine, les roues de pompe, les robinets à tournant sphérique et les sièges, le manchon de protection d'arbre et les barres de guidage[23].

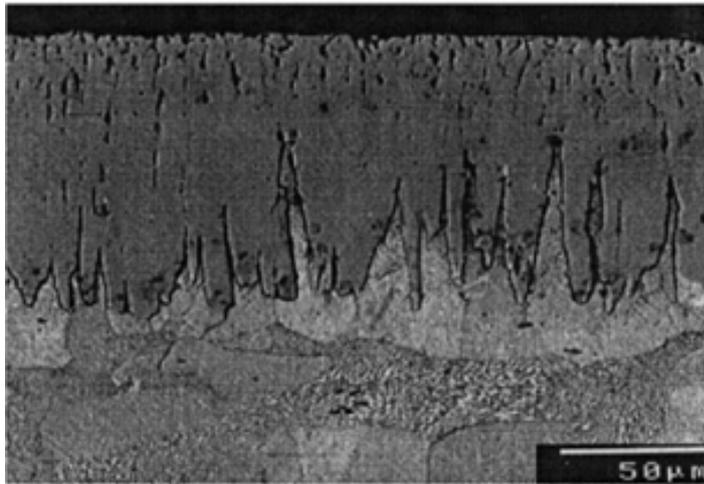


Figure I.7 : Micrographies MEB des coupes transversales d'un acier faible teneur en carbone après boruration à 940 °C pendant 2 h. [24]

I.5. Carbonitruration

La carbonitruration est un traitement thermo-chimique de diffusion de carbone et d'azote.

L'azote comme le carbone diffuse en solution solide d'insertion dans le fer, toutefois l'azote n'est pas utilisé comme le carbone pour obtenir une solution sursaturée du type martensitique après refroidissement rapide, mais seulement pour modifier les cinétiques de réaction du milieu carburant et de diffusion du carbone dans l'acier ainsi que la cinétique de la transformation martensitique.

L'azote a deux effets :

- Augmente le domaine de la solubilité du carbone dans l'austénite par abaissement des points de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$.
- Abaisse le point M_s et augmente la stabilité de l'austénite de la couche carbonitrurée par rapport à une couche cémentée à teneur en carbone équivalente, augmentant ainsi fortement la trempabilité.

De ces considérations, il résulte un certain nombre d'avantages de la carbonitruration par rapport à la cémentation :

- Réduction du temps de traitement

- Abaissement de la température de traitement (780 à 875°C)
- Augmentation de la trempabilité de la couche enrichie, permettant d'obtenir, à vitesse de refroidissement donnée, un meilleur durcissement (cas des aciers non alliés) ou permettant de réduire la vitesse de refroidissement (cas des aciers alliés)[25].

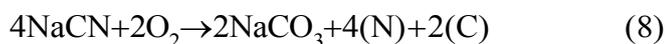
I.5. 1. Carbonitruration à basse température (600-700 °C)

En théorie, elle peut être réalisée entre 590°C, température d'appui de l'eutectoïde Fe-N, et la température Ac1 de l'acier, soit entre 600 et 710°C en pratique. A des températures inférieures à Ac1, le cœur de la pièce ne se transforme pas en $\alpha \rightarrow \gamma$, tandis qu'à une couche combinée d'environ 10 μm , la couche riche en carbone et en azote se transforme en austénite grâce à l'azote.

Le durcissement est obtenu par trempe à l'huile et, depuis la surface vers le cœur la structure comprend donc une couche de combinaison une couche de structure martensitique avec de l'austénite résiduelle et la structure initiale de la pièce modifiée par l'effet de revenu correspondant aux conditions (T° et durée) dans lesquelles a été réalisé la carbonitruration. Celle-ci peut être effectuée en bain de sel ou en phase gazeuse. En raison de la basse température du traitement, la cinétique de formation de la couche superficielle est lente et le procédé est peu employé industriellement, bien qu'il semble faire l'objet d'un certain regain d'intérêt [26].

I.5. 2. Carbonitruration (750- 880°C)

Les agents de carbonitruration sont liquides ou gazeux, les éléments liquides sont des sels à base de cyanures, de cyanates de métaux alcalins, de carbonates et de chlorures de métaux alcalins ; les carbonates et les chlorures abaissent le point de fusion, les chlorures activent le bain ; se produisent La réaction peut être résumée comme suit :



Le ciment gazeux est un mélange de gaz carbonés (hydrocarbures...) et de gaz azotés (ammoniac) qui réagissent entre eux pour former du CN et du CNH qui sont à la fois des carburants et des agents nitruant. Des atomes d'azote, tels que des atomes de carbone, en une solution solide dans l'austénite. L'azote accélère la diffusion du carbone, c'est-à-dire que la carbonitruration des aciers mi-durs à 850°C est deux fois plus rapide que la carbonitruration du même acier seul, de sorte que l'azote joue un rôle important dans l'accélération du processus d'enrichissement [27]. La figure 6 montre la surface et la structure centrale de l'acier carbonitruré à 870°C.

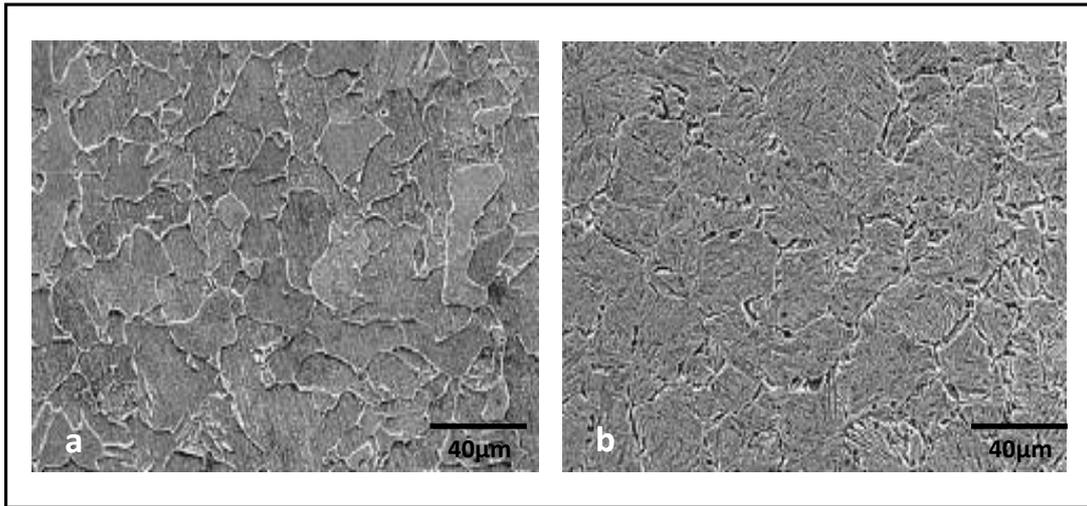


Figure I. 8 : Micrographie MET d'un acier AISI 1015, nitrocarburé à 870°C.

à 1000µm de la surface. à 100µm de la surface. [28]

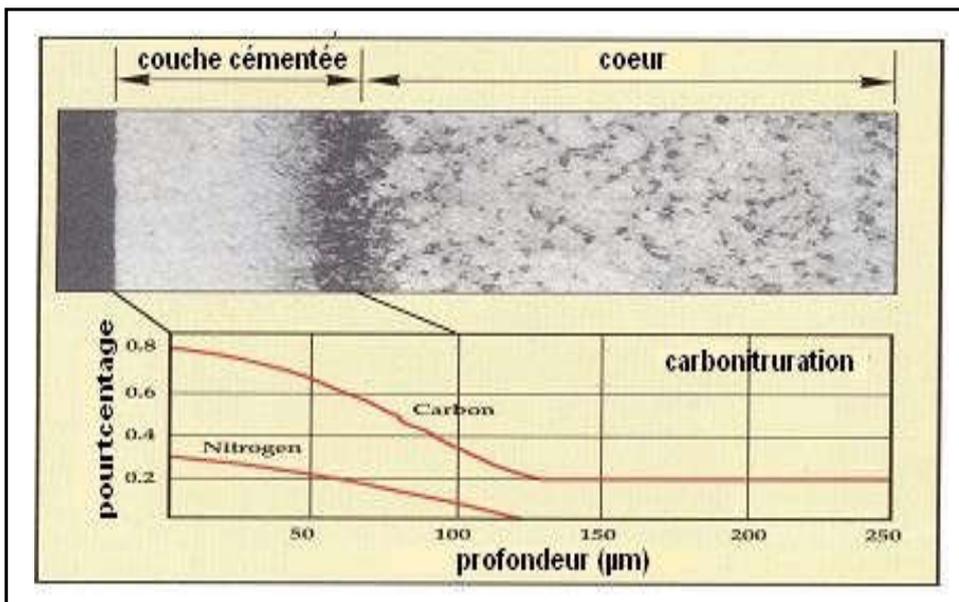


Figure I. 9 : Profil d'un acier carbonitruré [29].

I.6. La nitrocarburation

I.6.1 définition

La nitrocarburation est une variante du processus de nitruration. Il s'agit d'un processus de diffusion thermo-chimique où des atomes d'azote, de carbone et, dans une très faible proportion, d'oxygène sont diffusés dans la surface de la pièce en acier, formant une couche de combinaison en surface, et une couche de diffusion [30]. La

nitrocarburation est une variante de nitruration peu profonde du procédé de nitruration. Ce traitement est principalement utilisé pour améliorer les propriétés d'usure et de fatigue et augmenter la résistance à la corrosion. Les domaines d'application courants incluent les engrenages et les pièces de moteur.

Plusieurs types de milieux de traitement peuvent être utilisés - gaz, liquide ou plasma. La nitrocarburation gazeuse est de loin la plus couramment utilisée dans l'industrie. En plus du processus, le processus de nitrocarburation peut également être divisé en fonction de la température de traitement. En dessous de la température de transformation partielle en austénite A1, le procédé est appelé nitrocarburation ferritique, car à ces températures le substrat est encore en phase ferritique. À des températures plus élevées, la ferrite commence à se transformer en austénite, donc ces traitements sont appelés nitrocarburation austénitique. La température de transformation exacte varie en fonction de la composition. La température la plus basse pour laquelle elle se produit dans un alliage de fer, de carbone et d'azote est 586 °C[31]

La nitrocarburation est largement utilisée pour améliorer les propriétés de surface de l'acier, telles que la résistance à l'usure, la résistance à la fatigue et la résistance à la corrosion [32]. La résistance à l'usure dépend principalement de la dureté de la zone de diffusion [33], qui est améliorée par une fine précipitation de nitrures et de carbures uniformément dispersés dans la matrice de ferritique [34].

Il a été rapporté que le processus de nitrocarburation peut être suivi d'un traitement post-oxydation [35], qui améliore significativement la résistance à la corrosion (Fig I. 10). Dans ce cas, les pores au niveau de la couche de liaison peuvent être bénéfiques pour l'usure et la corrosion, car ils peuvent absorber des lubrifiants ou des inhibiteurs de corrosion [36]. En revanche, des couches combinées trop épaisses ne présentent pas toujours une meilleure résistance à l'usure [37]. Ainsi, des couches de combinaison épaisses, incluant des porosités sont plus fragiles et de ce fait peuvent être facilement rompus [38].

Une autre propriété bénéfique est la formation d'un champ de contraintes de compression provoqué par la distorsion de la matrice ferritique sous l'effet de la formation de précipités ayant un volume spécifique plus grand [39]. Une étude menée par Devi[40], montre les mécanismes d'endommagement dans les matrices de forgeage à chaud en acier de type AISI H11, nitrocarburees en bain de sels (à 560 °C pendant 2,5 h) et nitrurées par plasma (à 490 °C pendant 20 h). Il y est montré que les modes d'endommagement dominants sont la fissuration par fatigue (causé par les cycles thermiques et le chargement

mécanique durant l'opération de forgeage). Les résultats montrent que la couche de combinaison est absente dans les échantillons nitrurés par plasma et elle est entre 12 et 16.5 μm dans le cas de la nitrocarburation. En outre, DEVI [41] montre l'existence de différents modes d'usure abrasive liés à la présence de micro copeaux dans les matrices nitrocarburees. L'absence de ces micros copeaux dans les matrices nitrurées par plasma, est due au développement d'une surface très dure en comparaison avec le cas de la nitrocarburation.

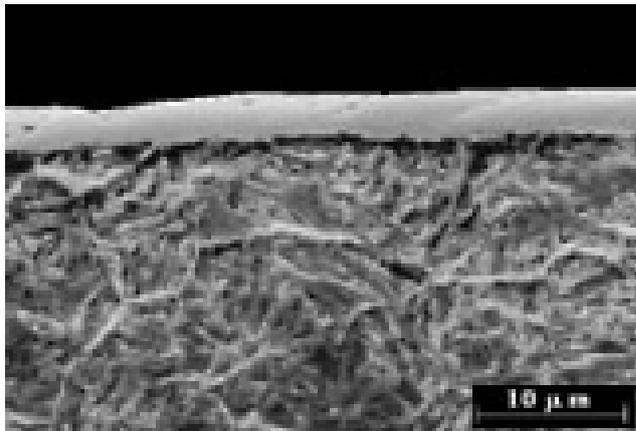


Figure I .10 : structure d'une surface d'un acier à outils H13 Nitrocarbure à 570 °C pendant 60 minutes.[42]

I .6.2.Principe de la nitrocarburation

Dans le vide, l'énergie électrique à haute tension est utilisée pour former un plasma, dans lequel l'azote, l'hydrogène et les ions positifs du carbone sont accélérés pour empiéter sur la cathode. Dans la présence de champ électrique, la pièce est maintenue à une source de tension continue négative élevée de 250 à 850 V par rapport à une cuve échouée (anode). Sous l'influence de la biais, les gaz sont dissociés, ionisés et accélérés vers la pièce (cathode). L'énergie cinétique des ions est convertie par le bombardement ionique en énergie thermique, qui non seulement chauffe la pièce, mais implante également des ions provoquant directement et en partie la pulvérisation cathodique. Ainsi, la conduite des électrons et des éléments tels que le fer, le chrome et l'oxygène de

la surface de la pièce. Implantation de certains ions dans la surface de l'échantillon, d'autres provoquent la pulvérisation cathodique. Les atomes de fer et de chrome chassés de l'échantillon ont ensuite été combinés avec des atomes d'azote ou de carbone pour former du nitrure ou du carbure dans le plasma qui a été produit par décharge lumineuse. Enfin, une couche composée a été formée par absorption et diffusion d'azote et de carbone [43].

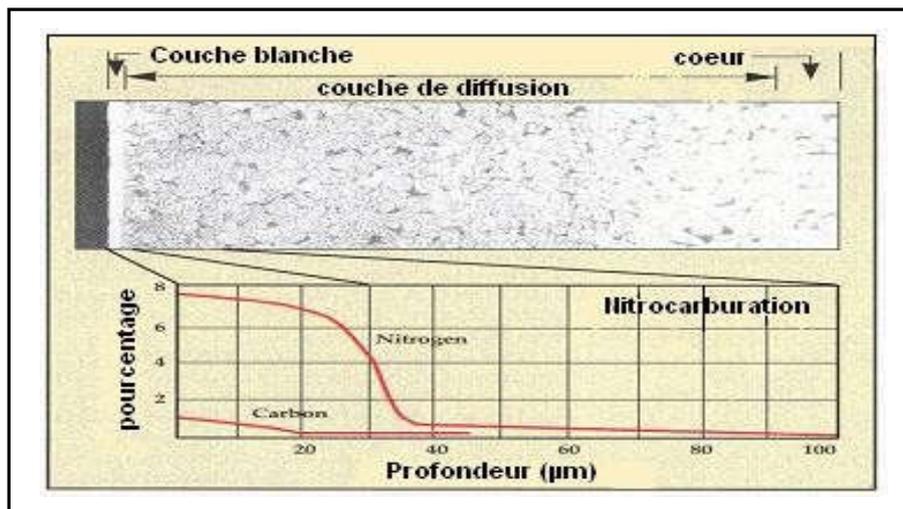


Figure 11 : profil de concentration d'un acier nitrocarburé[29].

I.6.3. Processus

Le procédé de nitrocarburation consiste en trois étapes principales : le chauffage, la diffusion à la température de nitrocarburation et le refroidissement. Le préchauffage pour accélérer le processus de nitrocarburation et la post-oxydation pour améliorer la résistance à la corrosion sont des étapes facultatives. La nitrocarburation ferritique dans le gaz est couramment effectuée à des températures allant de 560 à 580 ° C.

La composition de l'atmosphère est un paramètre très important dans la nitrocarburation gazeuse et doit être étroitement contrôlée. L'atmosphère est constituée d'azote (N₂), d'ammoniac (NH₃), de dioxyde de carbone (CO₂) et d'hydrogène (H₂). L'ammoniac est utilisé comme source d'azote. Le dioxyde de carbone se décompose en monoxyde de carbone qui, avec l'hydrogène, est nécessaire pour le transfert de carbone à la surface de l'acier.

Parfois, le monoxyde de carbone est utilisé directement au lieu du dioxyde de carbone. L'hydrogène n'est pas toujours ajouté séparément car il se forme à partir de la

décomposition de l'ammoniac. L'azote est utilisé pour contrôler le pourcentage des autres gaz et pour purger le four avant et après le traitement, car l'ammoniac peut former un mélange explosif avec l'oxygène [43].

I.6.4. Propriétés des couches nitrocarburées

La nitrocarburation produit une couche dur mais peu profonde qui peut améliorer la résistance à l'usure, à la fatigue et à la corrosion. La température de traitement relativement basse provoque des déformations limitées et laisse une bonne finition de surface. Il présente également l'avantage de temps de cycle courts et d'une consommation d'énergie relativement faible, ce qui est favorable à la fois d'un point de vue économique et environnemental [23].

I.6.5. La dureté

L'une des principales raisons d'utiliser la nitrocarburation est qu'elle produit une couche de surface très dure qui améliore à la fois la résistance à l'usure et à la fatigue. La résistance à l'usure est principalement apportée par la dureté de la couche de combinaison alors que la résistance à la fatigue dépende de la zone de diffusion [23, 44].

La couche de combinaison a une dureté constante sur toute sa section transversale. Dans la région externe, il est cependant abaissé par la porosité. Sa dureté peut être directement liée à la nuance d'acier et augmente avec l'augmentation des éléments d'alliage. Il a été signalé que la couche de combinaison avait une dureté d'environ 700 HV dans les aciers faiblement alliés et d'environ 800 HV pour les aciers à 1,5 % en chrome. La dureté de la zone de diffusion suit les gradients de concentration d'azote et de carbone. La température du procédé ainsi que les potentiels de nitruration et de cémentation déterminent la quantité d'azote et carbone dissous dans le matériau. La profondeur de la couche nitrocarburée augmente avec l'augmentation du temps de traitement et diminue avec l'augmentation de la teneur en éléments d'alliage [23].

I.6.6. Résistance à l'usure

Les propriétés tribologiques d'une pièce nitrocarburée sont principalement déterminées par les propriétés de la couche de combinaison. La résistance à l'usure par abrasion est proportionnelle à la dureté de la surface, qui à son tour dépend de la nuance d'acier. Un état favorable de très faible taux d'usure peut être atteint si le matériau abrasif est plus doux que la couche de combinaison [23].

La dureté n'est pas le seul facteur qui influence la résistance à l'usure. La nature céramique de la couche de combinaison réduit le frottement et empêche les surfaces de se souder, ce qui augmente également la résistance à l'usure adhésive. Il a été montré que cet effet est favorisé par la présence

de plus de phase ϵ [23]. Une explication suggérée est que sa structure cristalline lamellaire diminue la quantité de chaleur produite par le frottement puisqu'elle permet de glisser le long du plan de base[45].

La vitesse d'usure initiale des composants nitrocarbures est généralement supérieure à la vitesse d'usure de l'état stationnaire. Cela est dû à la porosité [23]. Les pores peuvent avoir un effet déterminant sur la résistance à l'usure. Qiang et al. [45] ont étudié le comportement à l'usure par glissement du 100Cr6 soumis à une nitrocarburation en bain de sel seul, à une nitrocarburation en bain de sel combinée à une oxydation et un polissage suivi d'une étape d'oxydation. Ils ont trouvé que la nitrocarburation a diminué la résistance à l'usure alors que le procédé combiné l'augmente par rapport au matériau non traité. Ils ont attribué la résistance à l'usure réduite de l'échantillon nitrocarbure à la présence élevée des pores sur la surface. Les mêmes auteurs ont également constaté que le coefficient de frottement était abaissé par les deux traitements, car la porosité peut contenir des lubrifiants. Dans certaines applications, le lubrifiant contenu dans les pores peut également conduire à une amélioration de la résistance à l'usure [23].

I.6.7. Résistance à la fatigue

La résistance à la fatigue d'une pièce nitrocarburee est améliorée par les contraintes résiduelles de compression créées dans la zone de diffusion à la suite du traitement thermique. Une vitesse de trempe rapide entraîne davantage la formation des contraintes résiduelles dans la zone de diffusion [23]. Le rôle que joue la couche de combinaison pour la résistance à la fatigue n'est pas complètement compris. Une couche monophasé γ' donne lieu à des contraintes résiduelles de compression alors que des contraintes de tension ont été rapportées pour la phase ϵ [23, 46, 47].

I.6.8. Résistance à la corrosion

Les aciers faiblement alliés nitrocarbures présentent généralement une bonne résistance à la corrosion par rapport aux matériaux non traités. La résistance à la corrosion améliorée peut être attribuée au fait que les nitrocarbures dans la couche de combinaison sont des phases nobles. Comme les nitrocarbures forment une couche dense, l'acier sous-jacent est protégé de la corrosion [44].

La phase ϵ possède une bonne résistance à la corrosion que la phase γ' en raison de sa structure cristalline et de sa teneur en azote plus élevée. La quantité de phase ϵ dans la couche de combinaison est le facteur le plus important pour une meilleure résistance à la corrosion. La densité de la couche combinaison joue également un rôle essentiel. Des quantités élevées de porosité dans

la couche de combinaison peuvent avoir un effet néfaste sur la résistance à la corrosion, car la corrosion par piqûres est favorisée par l'existence des pores [44]. La résistance à la corrosion des pièces nitrocarburrées peut être encore améliorée par un traitement de post-oxydation qui crée une couche d'oxyde au-dessus de la couche de combinaison[23].

I .6.9.Les distorsions

La nitrocarburation crée de petites distorsions par rapport à la carbonituration, car une température beaucoup plus basse est utilisée au cours du traitement. Les transformations de phase ne se produisent qu'à proximité de la surface et l'augmentation dimensionnelle associée au processus peut être prévue. La croissance dimensionnelle s'est avérée être 30–50% de l'épaisseur de la couche de combinaison. La possibilité de prédire les changements dimensionnels est un avantage car elle supprime la nécessité d'ajustements de tolérance par des opérations d'usinage ultérieures après nitrocarburation[23].

Référence

bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] J.R. Davis (Editor), Surface Engineering for Corrosion and Wear Resistance, ASM International, Materials Park, OH, U.S.A., 2001, pp. 1-5, 115-116.
- [2] S. Lampman, "Introduction to Surface Hardening of Steels", ASM Handbook, Vol. 4, Heat Treating, S.R. Lampman et al. (Editors), ASM International, Materials Park, OH, U.S.A., 1991, pp. 259-267.
- [3] A. Suhadi, C.X. Li, T. Bell, Austenitic plasma nitrocarburising of carbon steel in N₂-H₂ atmosphere with organic vapour additions, Surface and Coatings Technology. 200 (2006) 4397-4405.
- [4] J. Yang, F. Cui, I. Seop. Lee, X. Wang, Plasma surface modification of magnesium alloy for biomedical application, Surface and Coatings Technology. 205 (2010) S182-S187.
- [5] M. KarimiZarchi, M.H. Shariat, S.A. Dehghan, S. Solhjoo, Characterization of nitrocarburized surface layer on AISI 1020 steel by electrolytic plasma processing in an urea electrolyte, Journal of Materials Research and Technology. 2 (2013) 213-220.
- [6] E. Roliński, A. Konieczny, G. Sharp, Nature of Surface Changes in Stamping Tools of Gray and Ductile Cast Iron During Gas and Plasma Nitrocarburizing, J. of MateriEng and Perform. 18 (2009) 1052-1059.
- [7] H. Çep, H. Kovaci, H. Çimenoğlu, A. Çelik, Effects of Boriding, Nitrocarburizing, Nitriding and Post-oxidation Treatments on The Tribological Properties of DIN 32CrMoV12-10 Steel, Erzincan University Journal of Science and Technology. 14 (2021) 936-949.
- [8] J.R. DAVIS: '*Surface Hardening of Steels- Understanding the Basics*'; ASM International, 2002.
- [9] M.M.BCHAUPINIL, L.SERAPLIR, R.TRIWT: 'Analogies et différence entre les traitements de carbonituration et de cémentation', Aciers spéciaux №13, 1975.
- [10] BOUDJELLAL.T&HACHEROUF .A <<Amélioration Des Caractéristiques Mécaniques D'un Aciers par des Différents Techniques >> MASTER, Université de M'sila, 2019/2020.
- [11] R. Lévêque: Traitement superficiels des aciers à outils, Techniques de l'Ingénieur, 1993, M1135, Paris, France.
- [12] Fallot, G. Rôle du carbone lors de la nitruration d'aciers de construction et influence sur les propriétés mécaniques (Doctoral dissertation). (2015).
- [14] V.YAKUB, A.TIJANI: 'Modeling and Simulation of Thermochemical Heat Treatment Processes: A Phase Field Calculation of Nitriding in Steel', PHD thesis, university of Bremen 06/2008.
- [15] <http://fr.wikibooks.org/>

- [16] Diagramme Fe-C et ses constituants métallographiques, Document internet.2007.
- [19] 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.
- [20] 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.
- [21] O. Belahssen, “Etude comparative du comportement chimique et tribologique des aciers nitrurés,” Thèse de Doctorat, Université de Biskra, Algérie, 2013.
- [22] X. An, J. Cawley, W.M. Rainforth and L. Chen: Spectrochimica Acta-Part B, 2003, 58, 689-698.
- [23] Rajan, T. V., Sharma, C. P., & Sharma, A. Heat treatment: principles and techniques. PHI Learning Pvt. Ltd. (2011).
- [24] Vipin Jain, G. Sundararajan, Influence of the pack thickness of the boronizing mixture on the boriding of steel. Surface and Coatings Technology 149 (2002) 21–26.
- [25] Ghiglione, D., Leroux, C., & Tournier, C. Cémentation. Carbonituration. Techniques de l’Ingénieur M, 1. (1994).
- [26] D.H. HERRING: '*Comparing carbonitriding and nitrocarburizing*'; Heat Treating Progress, April/May 2002.
- [27] A.Constant, G.Henry et J.C.Charbonnier, '*Principes de base des traitements thermiques, thermomécaniques, et thermochimiques des aciers*';Edition 1992.
- [29] M.CARTIER, M.ARMBRUSTRE: '*Guide d’emploi des traitements de surfaces appliqués aux problèmes de frottement*', Edition TEC et DOC.2000, page 187-195.
- [30] nitrocarburation.(2020,juin).Récupéré su rbodycote: <https://www.bodycote.com/fr/services/traitement-thermique/traitement-thermochimique-non-suivie-dune-trempe/nitrocarburation/>
- [31] Flodström, I. Nitrocarburizing and high temperature nitriding of steels in bearing applications. (2012).

- [32] T. BELL, *Gaseous and Plasma Nitrocarburizing*; volume 4. ASM International, Materials Park, Ohio, 1997. ASM Handbook.
- [33] I. M. Hutchings: *Friction and Wear of Engineering Materials Tribology*, 1998, London. Publication E. Arnold, p. 158.
- [34] M.B. Karamis and E. Gerçekcioglu: *Wear*, 2000, 243, 76-84.
- [35] P. PSYLLAKI, K. PAPADIMITRIOU: '*Failure Modes of Liquid Nitrocarburized and Heat treated Tool Steel under Monotonic Loading Conditions*', JFAPBC (2006) 6:13-18.
- [36] G. E. Totten, K. Funatani and L. Xie: '*Handbook of Metallurgical Process Design*'; 2004, Chap. 13, pp.507-544 .
- [37] N. Krishnaraj, P. Bala Srinivasan, K.J.L. Iyer and S. Sundaresan: *Wear*, 1998, 215, 123-130.
- [38] M. B. Karamis: *Wear*, 1991, 150, 331-342.
- [39] L. Barralier: *Genèse des Contraintes résiduelles de Nitruration*, Thèse de Doctorat, 1992, ENSAM Paris, France
- [40] Uma DEVI: '*Damage Mechanisms in Salt Bath Nitro-carburised and Plasma Nitrided Hot Forging Dies of H11 Tool Steel*', ISIJ international, vol.42. 2002. No.5.
- [41] C.-N. Chang, F.-S. Chen / *Materials Chemistry and Physics* 82 (2003) 281–287.
- [42] Vázquez A, Ramírez A L and Juárez J A. Microstructural Evaluation of Salt Nitrocarburizing H13 Steel as a Function of Time. IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 792 (2017) 012019.
- [44] M. Fattah and F. Mahboubi, “Comparison of ferritic and austenitic plasma nitriding and nitrocarburizing behavior of AISI 4140 low alloy steel,” *Materials and Design*, no. 31, pp. 39 15–3921, 2010.
- [45] Y. H. Qiang et al., “Sliding wear behavior of nitrocarburized bearing steel,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 278, no. 1-2, pp. 261–266, 2000.
- [46] M. A. J. Somers and E. J. Mittemeijer, “Development and relaxation of stress in surface layers; composition and residual stress profiles in γ' -Fe₄N_{1-x} layers on α -Fe substrates,” *Metallurgical Transactions A*, vol. 21A, pp. 189–204, 1990
- [47] T. R. Watkins et al., “Measurement and analysis of residual stresses in ϵ -phase iron nitride layers as a function of depth,” *Advances in X-ray Analysis*, vol. 43, pp. 31–38, 1999.

Chapitre II

Matériaux et techniques expérimentales

II.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous présenterons les matériaux et les méthodes de caractérisation utilisés dans notre projet. Nous décrivons d'abord le matériau étudié et les procédés utilisés pour le préparer, puis nous décrivons les différentes méthodes de caractérisation structurale appliquées : dispositif expérimental, principe de fonctionnement

II.2. Matériaux étudiés

Le matériau utilisé dans cette étude est un acier faiblement allié principalement utilisé dans la fabrication de pièces mécaniques dans l'industrie mécanique algérienne, en particulier la société nationale de tracteurs agricoles ETRAG (El-khroub, Constantine). L'acier contient des éléments ajoutés majeurs tels que le chrome et le molybdène, et la teneur ne dépasse pas 5 % [1]. Selon la norme AFNOR, ce matériau est appelé : 42CD4. la composition chimique de cet acier est donnée dans le **tableau ***

C	Cr	Mo	S	Mn	P	Si
0,35 – 0,45	0,90 – 1,20	0,15 – 0,30	<0,035	0,60 – 0,90	< 0,035	0,40 Maxi

Tableau II.1 : composition chimique de l'acier 42 CD4

Cette nuance présente une limite de rupture élevée, une bonne résistance au fluage in si qu'une très bonne résistance à la fatigue et à l'usure. Cet acier est utilisé principalement pour la fabrication des pièces fortement sollicitées. En raison de ses bonnes propriétés de résistance à l'usure et de sa grande résistance à la traction[2].

Les caractéristiques mécaniques de cet acier sont données dans le **tableau II.2**.

Module de Young E (MPa)	Module de glissement μ (MPa)	Limite d'élasticité R_e (MPa)	Résistance à la traction R_m (MPa)	Allongement à la rupture A%	Dureté HB
210000	81000	570 à 900	800 à 1300	13 à 10	250 à 445

Tableau II.2: caractéristiques mécaniques conventionnelles [3]

II.3. Préparation des échantillons

II.3. 1. Polissage

L'étude de la microstructure nécessite des surfaces bien polies, de façon à ce qu'elles ne représentent 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.1: Polisseuse PHOENIX ALPHA.

II.3. 2. L'attaque chimique

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

4 ml d'acide nitrique HNO_3

48 ml d'éthanol $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$

II.4. Traitements thermiques

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



Figure II.2 : Four électrique NEBERTHERM.

II.4.1. Trempe

Des échantillons cylindrique de dimensions (20x 3) mm ont été austénitisés à la température **850 °C** avec un temps de maintien de **30 min** pour être ensuite refroidis rapidement dans un bain d'huile à température ambiante (**FigII.3**). Un tel refroidissement rapide a pour but de conférer à l'acier la plus grande dureté possible par la formation d'une structure martensitique.

II.4.2. Revenu

Après le traitement de trempe à **850°C**, les échantillons ont subi un traitement de revenu à **550°C** pendant un temps de maintien de deux **heures (2h)**, 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.

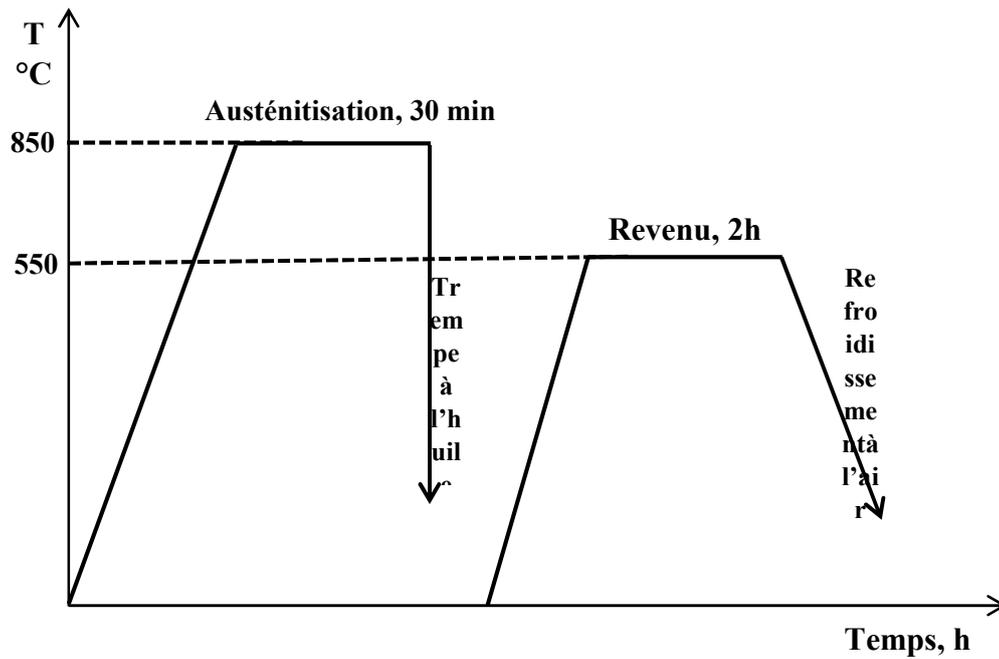


Figure II.3 : Cycle de traitement de durcissement par trempe et revenu.

II.5. Traitement de nitrocarburation ionique

Le traitement de **nitrocarburation** est effectué dans un four industriel de **nitrocarburation ionique** (Fig. II.4). Les paramètres, la capacité et caractéristiques techniques du four ont été indiqués ci-dessous :

- Température de traitement : **520 °C**.
- La pression de travail est : **3mbar**.
- Débits des gaz utilisés :
 - Azot N_2 **40 L/h**
 - Hydrogène **10 L/h**
 - Méthane CH_4 : **5, 7 et 9 L/h**
- Temps de traitement : **6 heures**

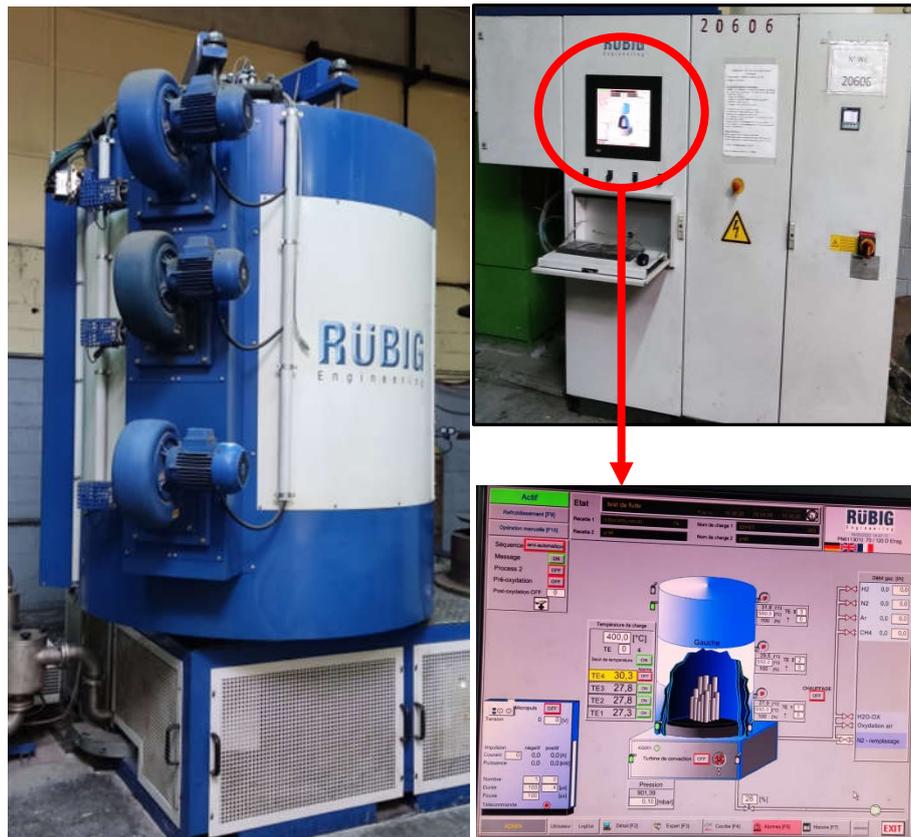


Figure II.4: Four industriel de nitrocarburation ionique utilisé dans notre étude.

La nitrocarburation ionique des échantillons a été effectuée à une température constante égale à **520 °C** avec un temps de maintien de **6 heures**. La **figure II.5** représente le cycle de traitement thermochimique de appliqué sur les échantillons.

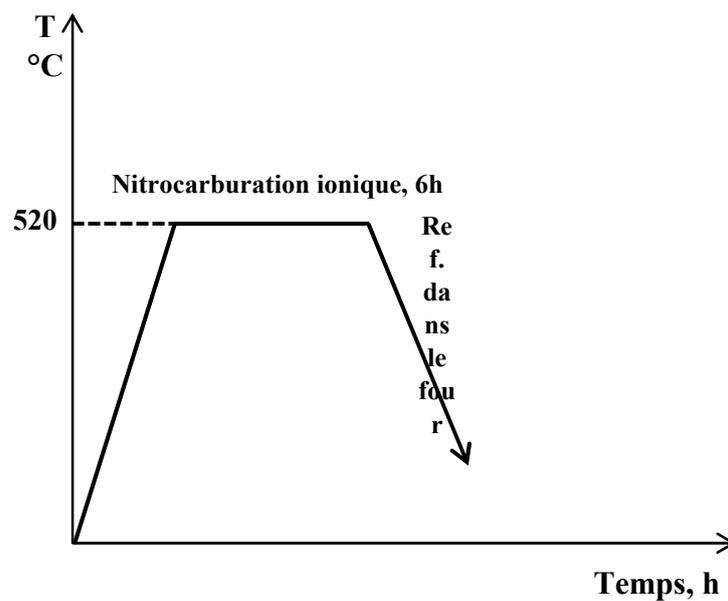


Figure II.5 : Cycle du traitement de nitrocarburation ionique appliqué sur l'acier d'étude.

II.6. Caractérisations microstructurale et mécanique

II.6.1. Etude microstructurale

II.6.1.1. Microscopie optique

Pour révéler la microstructure après le traitement recommandé, les échantillons ont été polis mécaniquement sur une série de papiers de verre à grain réduit (120÷1200) ;

la finition a été réalisée à l'aide de la patte diamantée à 3 μm . Après l'opération de polissage. Après l'opération de polissage, les échantillons ont été attaqués chimiquement à l'aide d'une solution de nital à 4% pour être et observés au microscope optique de type OPTIKA.



Figure II.6 : microscope optique.

II.6.1.3. Détermination des phases en présence par diffraction des Rayons-X

Les techniques d'analyse par diffraction des rayons X sont basées sur l'interaction élastique d'un faisceau de photons X monochromatique avec des matériaux cristallins. La diffraction résultante conduit à l'obtention d'un diagramme de diffraction et permet la détermination des distances réticulaires du plan de diffraction.

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

$$n \lambda = 2 d h k l \sin \theta \quad (\text{II.1})$$

Où:

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

θ : Position du pic (angle de Bragg).

d : Diamètre des particules.

Tous les spectres de diffraction ont été sur un diffractomètre "Mini Flex 600" connecté à un micro-ordinateur pour enregistrer les diffractogrammes obtenus (Fig. II.7). Les spectres DRX ont été traités à l'aide du logiciel X'pert Highscore. L'analyse par diffraction des rayons X a été effectuée dans l'intervalle [4] avec un pas de 0,03 °/S



Figure II.7: Diffractomètre des rayons X « RIGAKUMini Flex 600 »

II.5.3. Propriétés mécaniques

II.5.3.1. Microdureté

La dureté est la propriété d'un matériau à résister à la déformation plastique causée par le contact des couches superficielles, la rapidité et la simplicité des tests de dureté, et la possibilité de juger les performances 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, qui est le rapport entre la charge appliquée et la surface projetée de l'indentation résiduelle :

$$H_V = 1.854.F/9.81.d^2 \quad (\text{II.2})$$

Soit **F** la charge appliquée et **d** la diagonale de l'indentation en **µm**. Cette méthode est largement utilisée pour mesurer la dureté des pièces de faibles épaisseurs ou des couches superficielles minces à haute dureté. La dureté est déterminée par l'indentation laissée sur la surface de l'échantillon par une pyramide carrée en diamant sous une charge de **25 g**. Le but de ce test est d'étudier l'effet de la variation du pourcentage de CH₄ sur l'évolution de la microdureté de l'échantillon de la surface au cœur (profil de microdureté). Par conséquent, le test de microdureté nous permet de calculer la profondeur de nitrocarburation en fonction du pourcentage de CH₄. La **Figure II.8.a** représente le microduremètre utilisé dans cette étude. Cet appareil nous permet aussi de réaliser un essai de dureté de type Knoop, qui permet de mesurer la dureté au niveau de la couche de combinaison formée sur la surface des échantillons après traitement de nitrocarburation ionique.

La différence entre Knoop et Vickers est la forme de l'indenteur utilisé. L'indenteur de type Knoop a une forme oblongue (**Figure II.8.b**), où seule la longue diagonale est mesurée et utilisée pour calculer la dureté selon l'équation [5] :

$$HK = \frac{14.2P}{l^2}$$

Un essai de dureté Brinell est effectué pour déterminer la dureté de l'acier après traitements thermiques de trempe et de revenu. La charge appliquée est égale **180 Kg**.

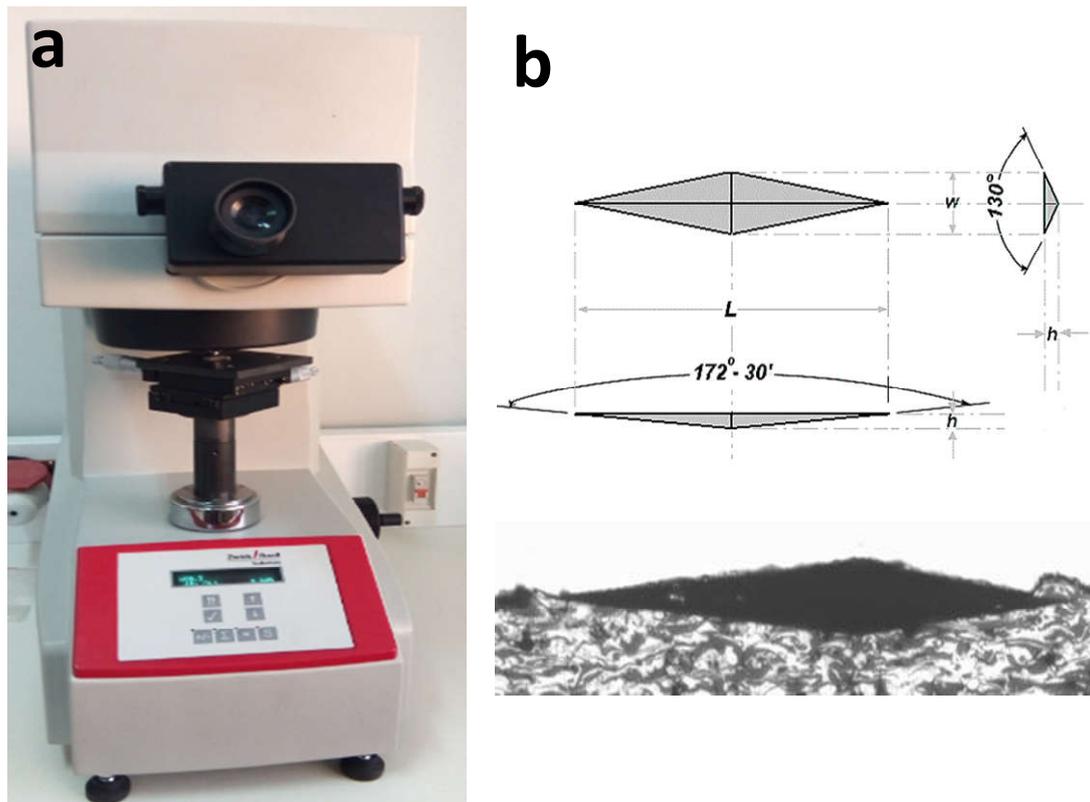


Figure II.8: a) Duromètre Zwick/Wolpert, b) la forme de l'empreinte Knoop[5].

Référence

bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] J. Barralis, G. Maeder, Précis de métallurgie: Elaboration, structures-propriétés et normalisation, Nathan, Avril 1990.
- [2] J. Massol, Etude des assemblages boulonnés à chargement faiblement excentré soumis à des sollicitations de fatigue, Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 1992.
- [3] D. Chaouch, étude expérimentale du comportement mécanique de l'acier faiblement allié 42CD4, Thèse de Doctorat, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, 2012.
- [4] G. F. Vander Voort, Mechanical Testing and Evaluation, vol. 8 of ASM Handbook, ch. Microindentation Hardness Testing. ASM International, 2003.
- [5] 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.
- [6] R.S.E. SCHNEIDER, H. HIBLER. Influence Of increased nitriding temperatures on the hardness profile of low-alloy. Steel, journal of materials, p.1737-1744, 33(1998).

Chapitre III

Résultats et interpretation

III.1.Introduction

Ce chapitre sera consacré à la présentation et l'interprétation des résultats obtenus après l'application d'un traitement thermo-chimique de nitrocarburation ionique sur un acier faiblement allié de type 42CD4. Le but est d'étudier l'influence de l'augmentation de la quantité de méthane dans l'atmosphère de nitrocarburation ionique sur le comportement microstructural et mécanique de l'acier d'étude.

III.2.Effet du traitement thermique

La couche dure produite par la nitrocarburation est relativement mince et ne peut pas supporter les charges élevées. Afin d'améliorer la capacité de chargement, les pièces peuvent être durcies par un traitement de trempe et revenu avant la nitrocarburation. Une température de trempe au-dessus de la température de nitrocarburation doit être utilisée, sinon la dureté sera perdue pendant la nitrocarburation[1]. De la **figure III.1** il est clairement que l'acier 42CD4 possède une structure martensitique après traitement de trempe et revenu.

La martensite est considérée comme une solution solide sursaturée de carbone dans le réseau du fer alpha (ferrite). Les atomes de carbone occupent les sites interstitiels dans la direction [001]. La structure de la martensite est quadratique centrée ($a \neq c$).

Le traitement de durcissement de l'acier d'étude par trempe et revenu conduit à une dureté égale à 68 HRC.

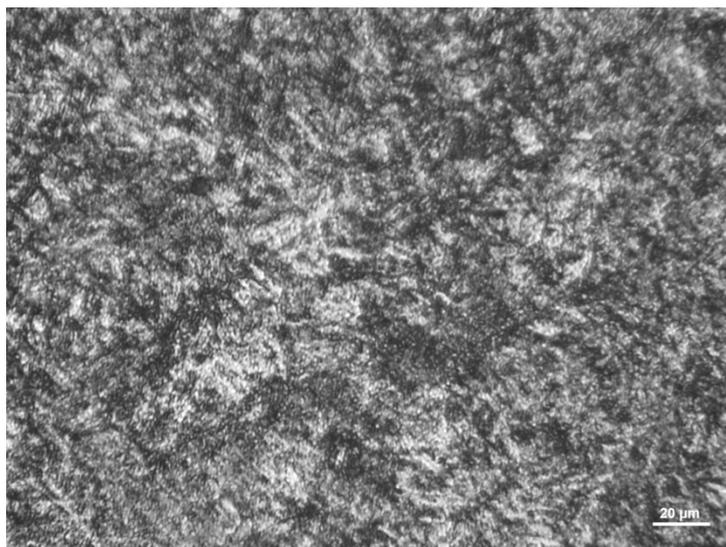


Figure.III.1 : micrographie optique de l'acier 42CD4 après trempe et revenu

III.3. Traitement de nitrocarburation ionique

La nitrocarburation introduit plus d'atomes d'azote que le carbone dans l'acier et les compositions de phase trouvées sont plus similaires à celles trouvées dans le système Fe-N (**figure.III.2**) que dans le système Fe-C [2]. Après nitrocarburation, la microstructure se compose de trois zones: une couche de combinaison à la surface, une zone de diffusion juste en dessous et la zone correspond à l'acier non traité.

En générale, l'augmentation du pourcentage de CH_4 n'influe pas sur l'épaisseur de la couche de combinaison. Elle est environ de $5 \mu\text{m}$ quel que soit la quantité de CH_4 dans l'atmosphère nitrurante.

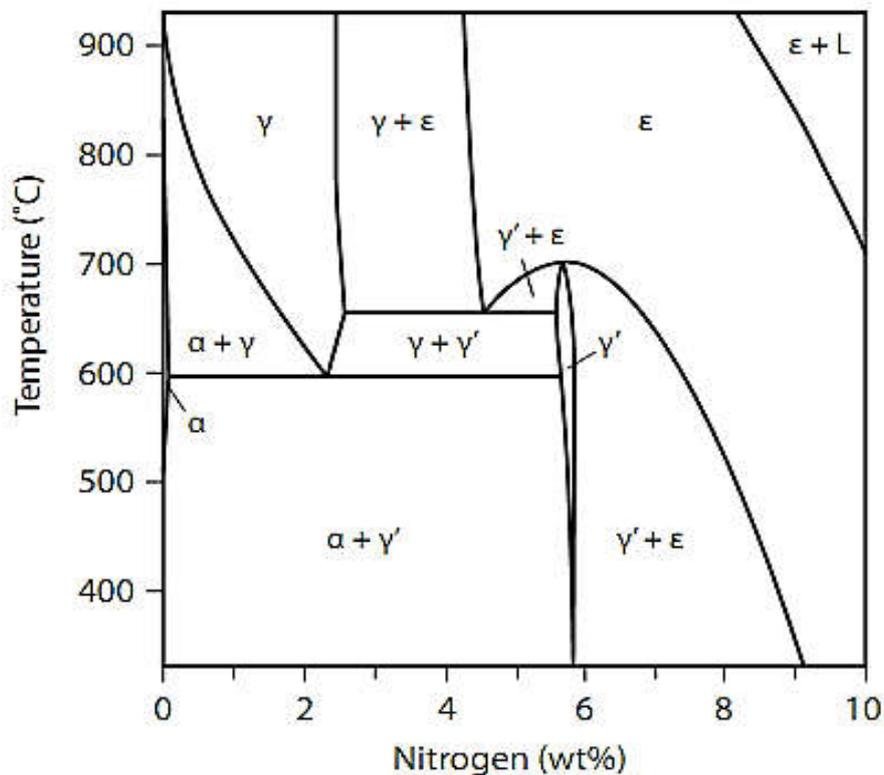


Figure.III.2 : Diagramme d'équilibre Fe-N[2].

La couche de combinaison se compose du nitrocarbure de fer $\epsilon\text{-Fe}_{2,3}(\text{N}, \text{C})$ et $\gamma'\text{-Fe}_4(\text{N}, \text{C})$. La phase ϵ a une structure cristalline hexagonale tandis que γ' est cubique [3]. La zone de diffusion se compose d'azote et de carbone dans une solution solide d'insertion dans la matrice de [1].

La nitrocarburation est cependant affectée par la pression partielle du carbone en plus de la pression partielle de l'azote. Différentes vitesses des réactions nitrurante et

carburant affectent également la croissance de la couche de combinaison. La réaction carburante (**équat 1**) est plus rapide que la réaction de nitruration (**équat 2**) et, par conséquent, la première étape de la formation de la couche de combinaison est la nucléation de la cémentite à la surface du substrat [4]. La phase e a une structure cristalline similaire à la structure cristalline de la cémentite.

Par conséquent, sa barrière d'énergie de surface est plus petite que celle de la phase g' et donc la phase e commence à se former directement sur la cémentite. Au fur et à mesure que le traitement se poursuit, la cémentite se transforme en e, ce qui se traduit par une couche E presque homogène. La prochaine étape dans la formation de la couche de combinaison est la formation de la phase g' entre la phase e et le substrat. Cela conduit à une [1, 3, 5].



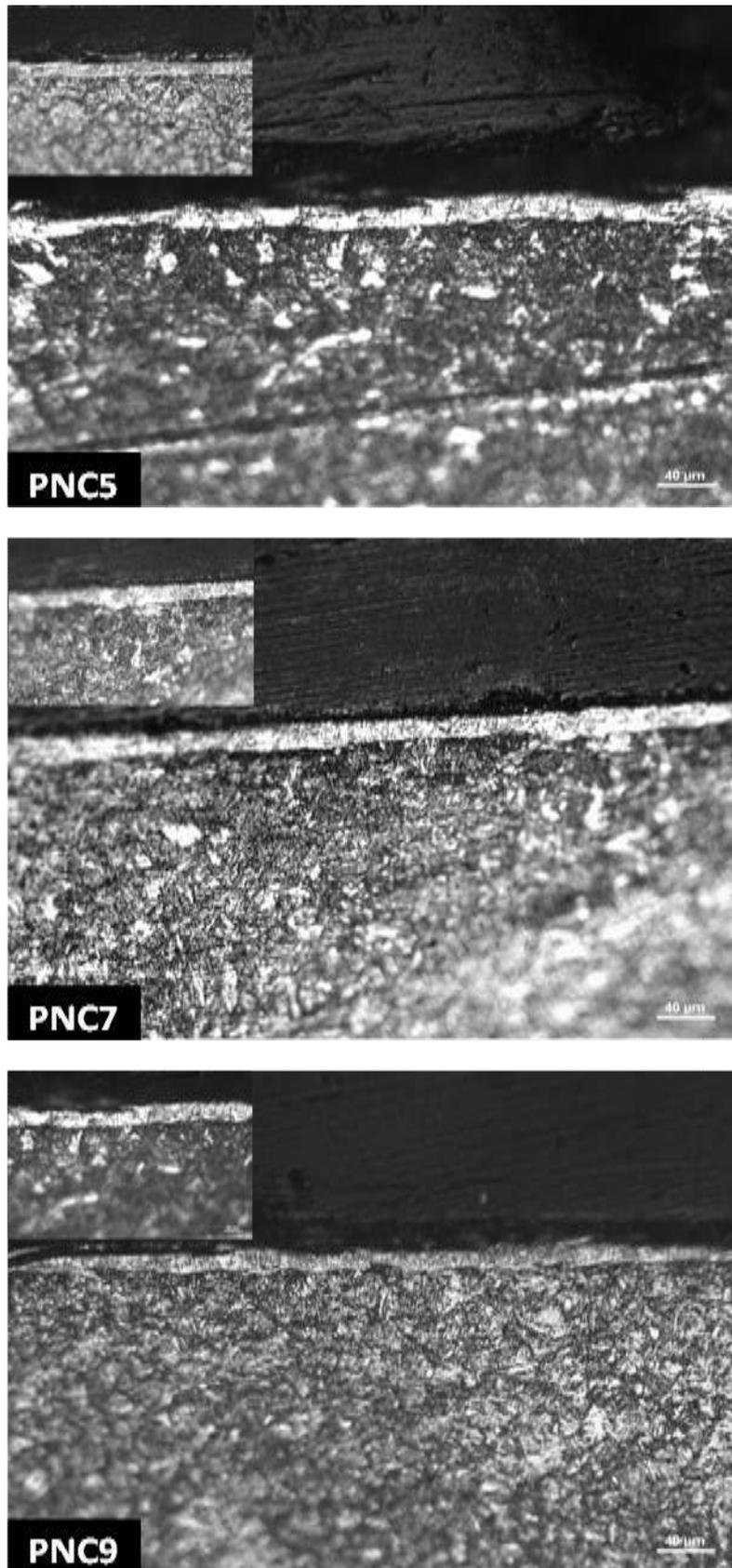


Figure.III.3 : Micrographies optiques des coupes transversales des échantillons PNC5, PNC7 et PNC9.

La vitesse de croissance de la couche de combinaison est contrôlée par les phases qu'elle contient. La phase γ' est une phase presque stœchiométrique avec une faible solubilité de carbone et d'azote. Cela rend la vitesse de croissance de la phase γ' relativement lente. La phase ε a une limite de solubilité plus élevée pour l'azote et le carbone avec une forte mobilité d'azote, ce qui la permet de croître plus rapidement [5].

III.3.1. La zone de diffusion

Dans la zone de diffusion, l'azote et le carbone existent soit dans une solution solide d'insertion dans phase martensitique, soit sous formes de nitrures et carbures des éléments d'alliage. Il a été montré dans la littérature que la trempe laisse plus d'éléments d'insertion en solution solide, tandis que le refroidissement lent favorise la précipitation des carbures et nitrures [1,10]. D'après les microstructures présentées dans la **figure III.3**, la zone de diffusion formée sur l'acier 42CD4 nitrocarburé à différents quantités de CH_4 possède une structure martensitique avec l'azote et le carbone en solution solide d'insertion. D'après [1], l'augmentation de la teneur des éléments carburigènes et nitrurigènes dans l'acier fait diminuer la profondeur de nitrocarburation car ces éléments piègent l'azote et le carbone sous forme de nitrures et de carbures, et plus d'atomes doivent se diffuser dans l'acier pour atteindre une certaine profondeur de nitrocarburation. Dans notre étude l'acier utilisé est un acier faiblement allié, donc la possibilité de précipitation des carbures et nitrures est faible et si se forment l'observation par microscope optique ne permet pas de les révéler.

Pendant la nitrocarburation, lorsque les espèces de durcissement de carbone et d'azote sont absorbées et diffusent dans l'acier, un certain degré d'expansion de volume se produit en raison des changements de structure cristalline et la formation de nouvelles structures, par exemple $\varepsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$ [6]. Étant donné que le processus de nitrocarburation ionique est effectué à une température relativement basse et qu'aucun traitement thermique ultérieur est nécessaire, la distorsion due aux transformations de phase dans ce cas est un problème mineur.

III.3.2. Analyse par diffraction des rayons X

La **figure III.4** montre les diffractogrammes des échantillons après nitrocarburation ionique sous différentes quantités de méthane (5 L/h, 7 L/h et 9 L/h) à 520 °C pendant 6h. Le diffractogramme de l'acier trempé et revenu est ajouté aussi à titre de comparaison. Comme discuté ci-dessus l'échantillon non nitrocarburisé ne montre que les pics liés à la phase

martensitique. Une fois les échantillons sont nitrocarburisés, les diffractogrammes présentent la formation de nouvelles phases.

Les résultats montrent que la couche nitrocarburée avec 5L/h de CH₄ est composée essentiellement de la phase γ' -Fe₄(N,C) avec des faible pics liés à la phase ϵ -Fe₂₋₃(N,C). En augmentant la quantité du méthane à 7 L/h et 9L/h, on remarque que le comportement microstructural se change carrément. On remarque la disparition de certains pics de la phase γ' -Fe₄(N,C) et la formation de nouveaux pics associés à la phase ϵ -Fe₂₋₃(N,C). D'après les diffractogrammes on constate que l'intensité du pic situé à 43,7° associé à la phase ϵ -Fe₂₋₃(N,C) augmente avec l'augmentation de l'activité du carbone dans l'atmosphère nitruant. Ceci peut être expliqué par la stabilisation de la phase ϵ -Fe₂₋₃(N,C) par le carbone. Des résultats similaires ont été trouvés par X. Ye et al[4] lorsqu'ils ont étudié l'influence du pourcentage de l'addition du propane sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'acier C45. Les résultats trouvés montrent qu'avec une teneur inférieure à 1% la phase γ' -Fe₄N est la phase dominante. De plus, la phase ϵ -Fe₂₋₃(N,C) est devenue dominante lorsque l'addition de propane était de 1,5% ~ 2,0%. Lorsque l'addition de propane est supérieure à 1,5%, l'intensité de la cémentite augmente et devient dominante lorsqu'elle atteint 2,5%, ce qui résulte de l'excès de teneur en carbone. Dans notre étude la diffraction des rayons X ne révèle pas la formation de la cémentite sur la surface des échantillons quel que soit la quantité du méthane utilisée, ce qui prouve que la teneur du carbone n'est pas en excès pour former la cémentite.

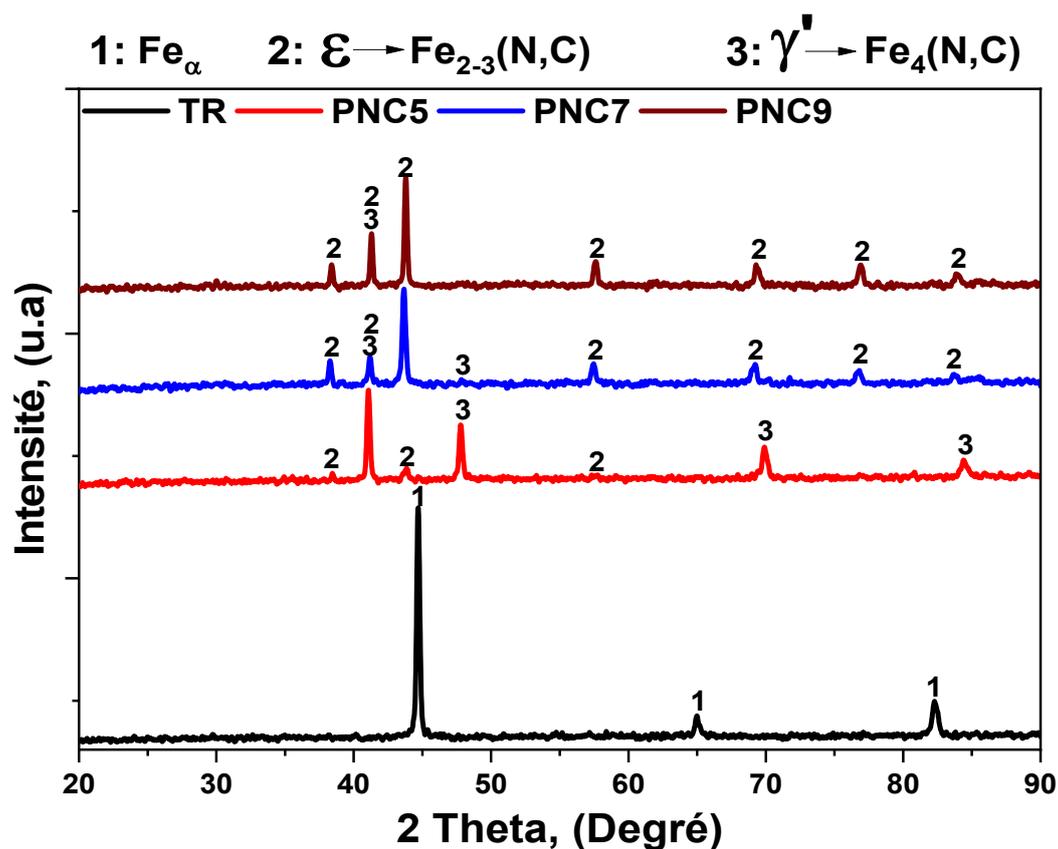


Figure.III.4 : Diffractogrammes des échantillons nitrocarburés à 520 °C pendant 2 heures sous différentes quantités de méthane.

III.3.3. Comportement mécanique des couches nitrocarburées

III.3.3.1. Microdureté :

La dureté des échantillons a été mesurée avant nitrocarburation ionique par l'essai de microdureté vickers sous une charge appliquée de 25 g ($H_V 0.025$), et s'est avérée être de 350 Hv. Cette valeur de dureté pour le matériau de base est utilisée comme valeur de référence pour les valeurs de dureté pour les couches nitrocarburisées. Il faut noter que les résultats suivants à discuter sont basés sur les augmentations relatives des valeurs de dureté (des couches nitrocarburisées par rapport au cœur de substrat)

L'affiliation de dureté des sections transversales des échantillons nitrocarburés sont représentées sur la **figure III.5** pour une charge appliquée de 25 g. Les résultats indiquent clairement que la dureté de surface (qui est définie comme la valeur de dureté obtenue à partir de la position la plus proche de la surface) des échantillons nitrocarburés augmente vers une

valeur similaire de $615 \text{ Hv}_{0.025}$ quel que soit la quantité de méthane dans l'atmosphère de nitrocarburation et elle est presque deux fois plus grande que la dureté du substrat.

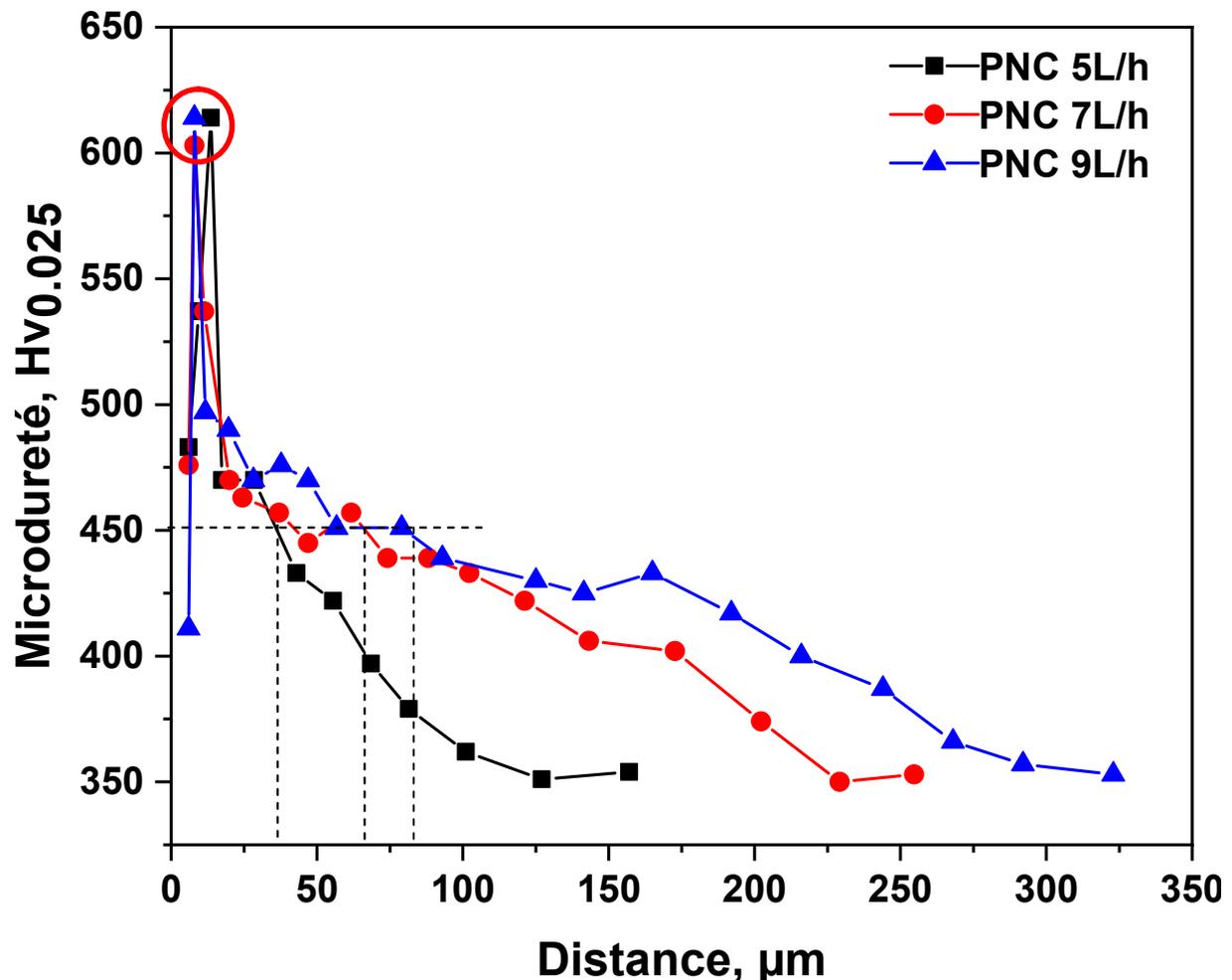
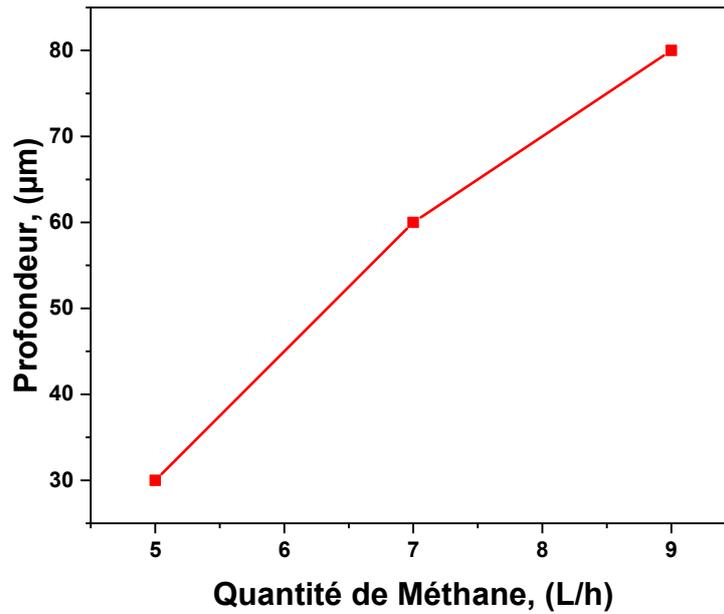


Figure.III.5 : profils de microdureté des coupes transversales des échantillons nitrocarbures à $520 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 2 heures sous différentes quantités de méthane.

D'après la **figure.III.5** : on remarque que la dureté des échantillons diminue progressivement de la surface vers le cœur de l'échantillon. D'après la littérature la profondeur de la couche nitrocarburee est égale à la distance entre la surface et le point où la valeur de la dureté égale à la dureté du substrat plus 100 Hv [7]. La **figure.III.6** représente la variation de la profondeur de nitrocarburation en fonction de quantité du méthane introduite dans le four de nitrocarburation ionique. On remarque que la profondeur de la couche nitrocarburee augmente avec l'augmentation de la quantité du méthane utilisée dans notre travail.



La figure.III.6 : Profondeur de la couche nitrocarburée des échantillons PNC5, PNC7 et PNC9.

Cela peut être expliqué comme suit: dans le processus de nitrocarburation avec une petite quantité de méthane, l'activité d'azote est faible (en raison d'une faible teneur en hydrogène [8]); Ainsi, sa diffusion est faible. Cependant, lorsqu'une concentration plus élevée de méthane est ajoutée, l'activité d'azote est améliorée en raison d'une quantité plus élevée d'hydrogène issue de la dissociation du méthane et de la diffusion d'azote plus élevée [9]. De même la solubilité de l'azote dans le métal serait favorisée par la présence de l'hydrogène, et ainsi permet une augmentation des contraintes résiduelles et donc l'augmentation de la dureté.

III.3.3.2.La microdureté Knoop

Grâce à la forme spécifique de l'indenteur Knoop, nous avons pu réaliser des mesures de microdureté au niveau de la couche de combinaison des échantillons nitrocarburés. Les essais ont été réalisés sous une charge appliquée égale à 25 g. La **figure III.7** représente la variation de la dureté Knoop des couches de combinaison des échantillons PNC5, PNC7 et PNC9.

On remarque que la dureté des couches de combinaison augmente progressivement avec l'augmentation de la quantité de méthane utilisée dans notre travail. Ceci peut être attribué à l'augmentation de la teneur en azote et en carbone dans la couche de combinaison

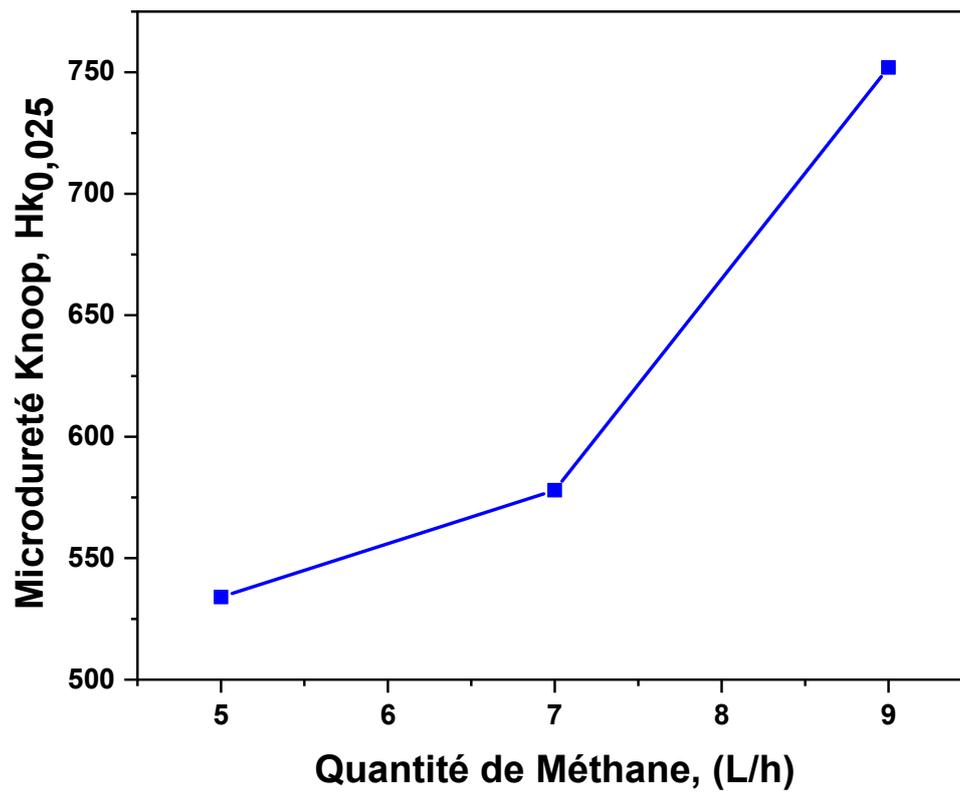


Figure.III.7 : Evolution de la dureté de la couche de combinaison en fonction de la quantité de méthane.

CONCLUSION GENERALE

Dans ce travail, nous avons étudié l'influence de méthane sur le comportement microstructural et mécanique d'un acier 42CD4 après un traitement thermochimique de nitrocarburation ionique. Sur la base de nos résultats issus des investigations entreprises, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Après durcissement de trempe et revenu, l'acier 42CD4 étudié possède une structure martensitique. La martensite est définie comme une solution solide sursaturée de carbone dans le réseau cristallin du fer alpha (ferrite). Le traitement de durcissement de l'acier d'étude par trempe et revenu conduit à une dureté égale à 68 HRC.
- Après nitrocarburation, la microstructure se compose de trois zones: une couche de combinaison à la surface, une zone de diffusion juste en dessous et en fin une zone qui correspond au cœur de l'acier non traité.
- L'augmentation du pourcentage de CH₄ n'influe pas sur l'épaisseur de la couche de combinaison. Elle est environ de 5 μm quel que soit la quantité de CH₄ dans l'atmosphère niturant.
- Les résultats montrent que la couche de combinaison se compose du nitrocarbure de fer ε-Fe₂₋₃(N, C) et γ'-Fe₄(N, C). La zone de diffusion se compose d'azote et de carbone dans une solution solide d'insertion dans la martensite.
- L'analyse par diffraction des rayons X de l'échantillon PNC5a a montré que la couche de combinaison est composée essentiellement de la phase γ'-Fe₄(N,C) avec des faibles pics liés à la phase ε-Fe₂₋₃(N,C). En augmentant la quantité du méthane à 7 L/h et 9L/h, nous avons constaté que le comportement microstructural se change carrément. On a remarqué la disparition de certains pics associés à la phase γ'-Fe₄(N,C) et la formation de nouveaux pics associés à la phase ε-Fe₂₋₃(N,C).
- Concernant l'étude de l'évolution des propriétés mécaniques, nous avons constaté que la profondeur de nitrocarburation dépend fortement de la quantité du méthane ajoutée à l'atmosphère de traitement. La profondeur augmente de 30 μm pour PNC5 à 80 μm pour PNC9. Les essais de microdureté Knoop ont montré que la dureté de la couche de combinaison augmente avec l'augmentation de l'activité du carbone dans le milieu de nitrocarburation ionique. Ceci est dû probablement à l'augmentation de la quantité d'azote et de carbone dans les phases ε-Fe₂₋₃(N, C) et γ'-Fe₄(N, C) formées au cours du traitement.

Référence

bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] I. Flodström, Nitrocarburizing and High Temperature Nitriding of Steels in Bearing Applications, Master of Science Thesis, Chalmers University of Technology. 2012.
- [2] H. Du, “A reevaluation of the Fe-N and Fe-C-N systems,” *Journal of Phase Equilibria*, vol. 14, no. 6, pp. 682–693, 1993.
- [3] M. A. J. Somers, Thermodynamics, kinetics and microstructural evolution of the compound layer; a comparison of the states of knowledge of nitriding and nitrocarburizing, *Heat Treatment of Metals*, no. 4, pp. 92–102, 2000.
- [4] X. Ye, J. Wu, Y. Zhu, J. Hu, A study of the effect of propane addition on plasma nitrocarburizing for AISI 1045 steel, *Vacuum*. 110 (2014) 74–77.
- [5] H. Du et al., “Microstructural and compositional evolution of compound layers during gaseous nitrocarburizing,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 31A, pp. 195–211, 2000.
- [6] M. Fares et al., “Post-oxidizing effects on surface characteristics of salt bath nitrocarburized AISI 02 tool steel type,” *Surface and Interface Analysis*, vol. 41, pp. 549–559, 2009.
- [7] A. Devaraju, A. Elayaperumal, J. Alphonsa, S.V. Kailas, S. Venugopal, Microstructure and dry sliding wear resistance evaluation of plasma nitrided austenitic stainless steel type AISI 316LN against different sliders, *Surf. Coat. Technol.* 207 (2012) 406–412.
- [8] P. K. Pearson, “The history and future of aircraft turbine engine bearingsteels,” in *Bearing Steels: Into the 21st Century*, ASTM STP 1327 (J. J. C. Hoo and W. B. Green, eds.), pp. 335–353, American Society for Testing and Materials, 1998.
- [9] G. F. Vander Voort, *Mechanical Testing and Evaluation*, vol. 8 of ASM Handbook, ch. Microindentation Hardness Testing. ASM International, 2003.
- [10] A. Wells, “Metallographic analysis of compound layers on ferritic nitrocarburized plain low carbon steel,” *Journal of Materials Science*, vol. 20, pp. 2439–2445, 1985.

Résumé

L'objectif de ce travail est d'étudier l'influence de traitement thermochimique (nitrocarburation ionique) sur le comportement microstructural et mécanique d'un acier 42CD4. La caractérisation métallurgique a été effectuée par la microscopie optique (MO) et la diffraction des rayons X. Les propriétés mécaniques sont déterminées principalement par les essais de microdureté. Les résultats obtenus montrent que l'augmentation de la quantité de méthane stabilise la formation de la phase ϵ -Fe₂₋₃(N, C) dans la couche de combinaison. La nitrocarburation ionique sous différentes concentrations de méthane permet une augmentation de la dureté en surface du matériau étudié.

Motsclés :

Nitrocarburation ionique, traitement de surface, aciers, traitement thermique, dureté, microscope optique.

Abstract

The objective of this work is to study the influence of thermochemical treatment (ionic nitrocarburing) on the microstructural and mechanical behavior of a 42CD4 steel. The metallurgical characterization was carried out by optical microscopy (OM) and X-ray diffraction. The mechanical properties are determined mainly by microhardness tests. The results obtained showed that increase in the quantity of methane stabilizes the formation of ϵ -Fe₂₋₃(N, C) phase in the compound layer. Plasma nitrocarburing under different concentrations of methane enhance the surface hardness of the studied steel.

Keywords: plasma nitrocarburing, surface treatment, steels, heat treatment, hardness, optical microscope.

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو دراسة تأثير المعالجة الكميوحرارية (نيتروكربنة) على الخصائص الميكانيكية للصلب 42CD4 حيث قمنا بدراسة البنية المجهرية باستعمال المجهر الضوئي و حيود الأشعة السينية لتحديد. وبالنسبة للخصائص الميكانيكية استعملنا جهاز قياس الصلابة. أظهر النتائج المتحصل عليها أن الزيادة في كمية الميثان تعمل على استقرار تكوين طور ϵ -Fe₂₋₃(N,C) في الطبقة المركبة. تعمل الكربنة النيتروجينية في البلازما تحت تركيزات مختلفة من الميثان على تحسين صلابة سطح الفولاذ المدروس.

الكلمات المفتاحية: النيتروكربنة الأيونية، المعالجة السطحية، الفولاذ، المعالجة الحرارية، الصلابة، المجهر الضوئي.