

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

BADJI MOKHTAR-ANNABA UNIVERSITY  
UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR-ANNABA



جامعة باجي مختار - عنابة

Faculté des Sciences de l'ingénieur

Année :2011/2012

Département de Métallurgie et Génie des Matériaux

## MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de MAGISTER

*Cémentation, Nitruration des aciers faiblement alliés  
Amélioration des propriétés d'usure et de frottement*

Option

**Rhéologie et Génie des Surfaces**

Par

Youcef **RERARI**

DIRECTEUR DE MEMOIRE : Hamida **ESSOM**

prof

Université ANNABA

### DEVANT LE JURY :

PRESIDENT : Moussa **ZAHZOUH**

Prof

Université ANNABA

EXAMINATEURS : Nasser Eddine **BELIARDOUH**

MC

Université ANNABA

Abderrazek **DARSOUNI**

MC

Université ANNABA

# REMERCIEMENTS

*Je tiens à exprimer toute ma gratitude à monsieur Pr. H. ESSOM, pour son encadrement, et sa patience, Je le remercie très chaleureusement pour m'avoir pris en charge.*

*Mes remerciements s'adressent aussi à messieurs Tidjani RAMDANI et Mme BELAID et Melle REZAG pour tous les efforts et l'aide déployé en ma faveur surtout au niveau du laboratoire.*

*Mes remerciements à Mr. A. DARSOUNI le responsable de PG de m'avoir donné l'occasion de préparer ce mémoire.*

*Mes remerciements s'adressent aussi à tous les enseignants du département de Métallurgie et génie des matériaux qui ont participé à ma formation.*

*Je remercie respectueusement messieurs les membres de jury qui ont accepté de juger ce travail. PR M.ZAHZOUH, Dr BELIARDOUH et Dr DARSOUNI.*

*Je remercie tout particulièrement Pr. TOUHAMI pour l'aide.*

*Mes très chaleureux remerciements vont à LMOUACI Radouane (Roudi) et Melle RAMDANE Noura .Merci pour votre soutien*

*Je remercie Mr M.IBRIR université MSILA pour la réalisation de la diffraction.*

*Des remerciements à tous ceux qui m'ont aidé de près ou loin pour réaliser ce travail.*

*Youcef RERARI.*

---

# DEDICACE

*Je dédie ce Mémoire*

- *A ma mère et mon père pour leur soutien indéfectible,*
- *A mes frères et sœurs,*
- *A tous mes enseignants du primaire à l'université qui ont participé à ma formation,*
- *A toute la promotion de post-graduation 2005/2006.*

*Youcef RERARI.*

# SOMMAIRE

	Page
Introduction générale	i
<b>Chapitre I :</b> <b>Étude bibliographique</b>	
<b>I.A/ Cémentation</b>	
I.1 Introduction	1
I.2. Processus d'apport de carbone à la surface des pièces.	2
I.2.1. Influence des paramètres liés à l'atmosphère de cémentation et rôle des éléments d'alliage sur la teneur superficielle en carbone	2
I.2.1.1. Réactions chimiques mises en jeu pendant la cémentation	2
I.2.1.2. Phénomènes secondaires accompagnant la cémentation	6
I.2.1.3. Influence des éléments d'alliage.	7
I.2.2. Diffusion du carbone	9
I.3. Critères d'obtention de la structure	12
I.3.1 Epaisseur	12
I.3.2. Oxydation superficielle	12
I.3.3. Influence de l'enrichissement de la couche en carbone	12
I.3.4. Carbures	14
I.3.5. Microstructure	14
I.3.5.1. Austénite résiduelle	14
I.3.5.2. Bainite	16
I.3.5.2.1 Bainite supérieure	16
I.3.5.2.2 bainite inférieure.	17
I.3.5.2.3 Cinétique de formation de la bainite.	17
I.4. Propriétés mécaniques.	18
I.4.1. Introduction	18
I.4.2. Dureté.	19
I.4.3. Origine des contraintes résiduelles	20
I.4.4. Contraintes résiduelles propres à chaque phase	21
I.4.5. Influence de l'austénite résiduelle sur les propriétés mécaniques.	22
I.4.6. Contraintes résiduelles - Résistance à la fatigue	22
I.4.7. Effet d'un revenu	27
<b>I.B/ NITRURATION</b>	
I.1. Principe	28
I.1.1. La nitruration en bain de sel	28
I.1.2. La nitruration gazeuse	28
I.1.3. La nitruration ionique	29
I.1.4 Nitruration au potentiel flottant assistée par plasma	30
I.2 Mécanismes de formation des couches nitrurées	31
I.2.1. Structure et microstructure des aciers nitrurés	33
I.2.2. Couches de combinaison	34
I.2.2.1. Le nitrure Fe <sub>4</sub> N	34

I.2.2.2.	Le nitrure Fe <sub>2-3</sub> N	35
I.2.3.	Couche de diffusion	36
I.2.4.	Diffusion dans les aciers et formation de précipités	37
I.2.4.1.	Précipitation	38
I.2.4.2.	Nitrures cohérents	39
I.3.	Comportement mécanique des aciers nitrurés	41
I.3.1.	Dureté	41
I.3.2.	Contraintes résiduelles	42
I.3.2.1	Contraintes résiduelles dans le cas d'une couche nitrurée	42
I.3.3	Comportement en fatigue	43
I.3.3.1.	Sollicitations en traction	44
I.3.3.2.	Sollicitations en flexion rotative	45
	Bibliographe	47

## **Chapitre II :**

### **Notions tribologiques et comportement en frottement et à l'usure**

II.1.	La tribologie	52
II.2.	Les surfaces	53
II.3.	Le concept de troisième corps	56
II.4.	Mécanisme de dégradation des surfaces	56
II.5.	Les quatre principaux modes d'usure	58
II.5.1	L'usure par transfert ou adhésion	58
II.5.2	L'usure par fatigue	58
II.5.3	L'usure par réactions tribochimiques	59
II.5.4	L'usure par abrasion	59
II.5.4.1	Modes abrasifs pour un métal	60
II.6.	comportement des matériaux métalliques vis-à-vis de l'abrasion	62
II.6.1	Influence de la dureté du matériau	62
II.6.2	Influence de la nature et de l'angle d'impact des particules	63
II.6.3	Influence de la microstructure	64
II.6.4	Influence de la vitesse	65
II.6.5	Influence de l'ambiance	65

## **Chapitre III :**

### **Étude du problème posé**

III.1.	Contexte	67
III.2.	Caractérisation visuelle de l'incident	68
III.3.	Investigation complémentaire	68
III.4.	Processus de dégradation	68
III.5.	Étape d'endommagement des galets en cours de service	69
III.6.	Micrographies de l'état de surface des parties usées	73
III.7	Métallographies du galet avant et après mise en service	75
III.8	Modèle d'endommagement par fatigue	75
III.9.	Conclusion	76

## **Chapitre IV : Méthodes, conditions expérimentales et analyses**

IV.1.	Matériaux étudiés	79
IV.2.	Traitements thermiques	79
IV.2.1.	traitement de trempe	79
IV.2.2.	Traitement de revenu	80
IV.2.3.	Nitruration en bains de sel	80
IV.2.4.	Traitement de cémentation	82
IV.2.4.1	Cémentation gazeuse	83
IV.2.4.2	Profile de concentration en carbone	84
IV.2.4.3	Microstructure	85
IV.3.	Techniques expérimentales utilisées	86
IV.3.1.	Microscopie optique	86
IV.3.2.	Dureté Vickers	87
IV.3.3	Diffraction des rayons X et identification des phases	87
IV.3.4.	Mesure de la rugosité	88
IV.3.5.	Test d'usure par abrasion	88
IV.3.5.1	Dispositif expérimental et les conditions d'essai	88
IV.3.6	Essai de corrosion électrochimique	89
IV.3.6.1	Corrosion humide	89
IV.3.6.2	Étude des différents états du matériau par les méthodes électrochimique stationnaire	90
IV.3.6.3	Mesure potentiel - temps	90
IV.3.6.4	Préparation de l'électrode de travail	92

## **Chapitre V : Résultats et discussions**

V.1.	Microstructure des couches	94
V.1.1.	Microstructure des couches nitrurés	94
V.1.2.	Microstructure des couches cémentées	96
V.1.2.1	Analyse de la structure après cémentation par microscope optique	97
V.1.3.	Microstructure des couches après trempe et revenu	99
V.2.	Profils de microdureté	100
V.2.1.	Profils de Microdureté des échantillons nitrurés	100
V.2.2.	Profils de Microdureté cémentation	101
V.2.3.	Comparaison entre les Profils de Microdureté	103
V.3.	Comportement tribologies des couches	104
V.3.1.	Usure par abrasion des couches traitées thermiquement	104
V.3.2.	Usure par abrasion des couches cémentées	105
V.3.3.	Usure par abrasion des couches nitrurées	107
V.3.4.	Comparaison entre les différents traitements	109
V.4.	Les comportements électrochimiques	110
V.4.1	Les différentes Micrographiques des couches corrodées	112
V.5.	Étude de l'état de surface par profilométrie (Rugosité)	114

## **Chapitre VI : Solutions et études technico-économique**

VI.1	Politique de la maintenance	116
VI.1.1	Choix des objectifs	116
VI.1.2	Choix d'une politique en fonction des coûts	117
VI.1.3	Exemples de politique de maintenance	117
VI.2.	Les coûts relatifs à la fonction maintenance	118
VI.2.1.	Les coûts de maintenance	118
VI.2.1.1	Les coûts d'indisponibilité	118
VI.2.1.2	Les coûts de défaillances	118
IV.3.	Contrôle de la rentabilité des actions de maintenance	118
VI.3.1	L'aspect technique	119
VI.3.2.	L'aspect économique	119
VI.4.	Les solutions proposées pour notre cas pratique	119
VI.4.1.	L'usure extérieure des galets	120
VI.4.2.	L'usure intérieure des galets	120
VI.5.	Estimation seuil de rentabilité de la solution proposée	123
VI.6.	Conclusion	124
	Conclusion générale	127
	Bibliographie	128

## LISTE DES FIGURES

N°	Titre	Page
<b>CHAPITRE I</b>		
I.1	Importance relative des réactions de cémentation suivant les coefficients de transfert.	4
I.2	a - Relation point de rosée - teneur en CO <sub>2</sub> à T = 850°C. b - Relation point de rosée - teneur en carbone d'un feuillard.	4
I.3	Variation de CO <sub>2</sub> et de H <sub>2</sub> O dans un four de cémentation fortement chargé a - régulation par point de rosé b - régulation par CO <sub>2</sub>	5
I.4	Potentiel d'oxydation de divers éléments pendant un maintien à 930°C dans une atmosphère endothermique.	6
I.5	Modification de l'activité du carbone dans l'austénite en fonction de la teneur en éléments d'addition.	7
I.6	Relation entre la diffusivité et la concentration en carbone à 1000°C, influence de la variation d'activité.	11
I.7	Taux d'austénite résiduelle en fonction du pourcentage de carbone.	13
I.8	Dureté de la martensite en fonction de la teneur en carbone.	13
I.9	facteur de correction de Parrish en fonction de la teneur en carbone.	15
I.10	Effet de la teneur en carbone sur la transformation de bainite supérieure en bainite inférieure.	18
I.11	Détermination du profit de dureté dans la couche cémentée (d) à partir du profit de dureté dans une éprouvette Jominy (a) et du profit de carbone dans la couche cémentée (c) pour le cas d'une trempe A 1'huile d'un cylindre de 35 mm de diamètre (d) avec une sévérité de trempe H = 0.35.	19
I.12	Transformation austenite-martensite.	20
I.13	Influence de l'austénite résiduelle et de la teneur en carbone superficielle sur les contraintes propres de la martensite et de l'austénite et sur les macrocontraintes.	21
I.14	Représentation schématique de la superposition des contraintes résiduelles et des contraintes appliquées (cas de la flexion).	24
I.15	Représentation schématique de la distribution de limite de fatigue ( $\sigma_s$ ) associée aux contraintes résiduelles et de la contrainte appliquée ( $\sigma_a$ ); détermination de la limite de fatigue $L_f$ . a) pour une éprouvette non entaillée, b) pour une éprouvette entaillée	24
I.16	Limite de fatigue déduite du profit de microdureté.	25
I.17	Représentation schématique du modèle de Prado et Argues.	26
I.18	Diagramme d'équilibre fer-azote.	31
I.19	Diagramme ternaire Fer- Azote- Carbone à 570°C.	32
I.20	Relation entre le diagramme d'équilibre Fe-N et la courbe concentration pénétration.	32
I.21	Structure du nitrure $\gamma'$ Fe <sub>4</sub> N.	35
I.22	Structure du nitrure $\epsilon$ Fe <sub>2-3</sub> N.	36
I.23	(a)Précipité cohérent induisant des contraintes de cohérence dans la matrice. (b)Précipité partiellement cohérent présentant des dislocations d'accommodation. (c)Précipité incohérent	40
I.24	Influence de la nature des éléments d'addition sur les profils de	42



	microdureté	
I.25	Schématisation de la génération des contraintes résiduelles d'un échantillon nitruré	43
I.26	Représentation schématique de la superposition des contraintes résiduelles et des contraintes appliquées (cas de la flexion)	45

## CHAPITRE II

II.1	Synoptique général d'un système tribologique	52
II.2	Schéma déviation relative par rapport à une surface idéal	54
II.3	Vue théorique en coupe d'une surface.	54
II.4	Circuit tribologique pour un contact élémentaire	56
II.5	les quatre modes d'usure abrasive	60
II.6	(a) copeau, (b) bourrelet plastique, (c) Formation d'un labourage	60
II.7	Diagramme correspondant au mode abrasif.	61
II.8	Modes de déformations dans un contact abrasif.	62
II.9	Résistance à l'usure relative de métaux purs et des aciers trempés et revenus ou écrouis en fonction de la dureté. « Abrasion à deux corps».	63
II.10	Influence de la microstructure des aciers sur la résistance à l'abrasion deux corps. Abrasifs $Al_2O_3$ , 90 $\mu m$ .	63
II.11	Taux d'abrasion de différents types de particules en fonction de leur vitesse en milieu.	64
II.12	Résistance à l'usure par abrasion de différents matériaux en fonction de leur dureté. Abrasion deux corps.	65

## CHAPITRE III

III.1	pièce usée avec formation d'un méplat sous l'effet d'un frottement au cours de son mise en service après environs 3 mois.	69
III.2	pièce usée	69
III.3	chaîne avec un galet bloqué	70
III.4	chaîne avec trois galets usés	70
III.5	convoyeur avec bobine 18 tonne	71
III.6	galets usés (A, B)	71
III.7	Début de formation de méplat	72
III.8	Écaillage, corrosion	72
III.9	Déformation plastique	72
III.10	Micrographies optique des parties usées (A, B, C, D, E et F)	74
III.11	micrographie optique des parties actives des pièces (Nital 3%)	75

## CHAPITRE IV

IV.1	Cycle du traitement thermique de trempe.	79
IV.2	diagramme de refroidissement de l'acier XC45	
IV.3	Cycle du traitement d'amélioration (Trempe + revenu).	80
IV.4	Cycle du traitement thermique de Nitruration	82
IV.5	Cycle de cémentation	82
IV.6	Cycle de cémentation gazeuse	83
IV.7	variation du pourcentage du carbone et de $M_s$ en fonction de la profondeur de cémentation	84

IV.8	Schématisation des couches de transformation de l'acier étudié.	85
IV.9	microscope optique (laboratoire métallurgie, Annaba)	86
IV.10	Microduromètre (laboratoire métallurgie Annaba)	87
IV.11	Schéma du Rugosimètre (type Mitutoyo SurfTest SJ-301) [laboratoire métallurgie Annaba ]	88
IV.12	Dispositif expérimental d'usure	89
IV.13	Courbes type de corrosion	90
IV.14	Schéma d'un échantillon enrobé (électrode)	92
IV.15	Essai de corrosion électrochimique (laboratoire métallurgie, Annaba)	92
IV.16	Cellule d'électrolyse	92

## CHAPITRE V

V.1	les Micrographies des couches Nitrurés	94
V.2	Spectres de diffraction Rayon X d'échantillon nitruré 6h	95
V.3	Microstructure de couches cémentées	96
V.4	aspect de la martensite en fonction de la teneur en carbone	98
V.5	Spectres de diffraction Rayon X d'échantillon cémenté 6h	98
V.6	Micrographie après trempe et revenu	99
V.7	Spectres de diffraction Rayon X d'échantillon traité TTH	99
V.8	Profil micro dureté échantillons Nitrurés	100
V.9	évolution comparée de la microdureté et de profil de concentration en carbone	101
V.10	Profil micro dureté échantillons cémentés	102
V.11	Comparaison entre profils de microdureté	103
V.12	Comparaison entre échantillons (sans traitement, traité TTH)	104
V.13	Micrographie optique des faciès d'usure d'un acier après trempe et revenu après 500m de parcours	105
V.14	Perte en masse en fonction parcours, cas de cémentation	105
V.15	Micrographie optique des faciès d'usure d'un acier cémenté (Cem4h) après 400m de parcours	106
V.16	Perte en masse en fonction parcours, cas de nitruration	107
V.17	Micrographie d'échantillons nitrurés (2h, 4h et 6h) après 50 m de parcours	108
V.18	Comparaison entre les différents traitements	109
	des pertes en masse en fonction parcours(m)	
V.19	Les courbes de polarisation logarithmique	111
V.20	: Présentes différentes Micrographiques des échantillons corrodés.	113
V.21	Présentes différentes Micrographiques des couches corrodées	113
V.23	Rugosité : (A) avant traitement, (B) après traitement de nitruration 4 heures et (C) après de parcours usure 500 m (nitrurée 4 heures).	114

## CHAPITRE VI

VI.1	Choix d'une politique de maintenance en fonction des coûts	117
VI.2	Configuration d'origine (existante)	120
VI.3	Montage avec Galet ROULTEX à graissage réduit	121
VI.4	Montage avec Galet ROULTEX, Graissage à vie	121
VI.5	Bague en Bronze graphité	122

## LISTE DES TABLEAUX

N°	Titre	Page
<b>CHAPITRE I</b>		
I.1	Réactions et constantes de réaction en fonction de la température	2
I.2	Valeurs des coefficients de Wada pour divers éléments d'alliage	8
I.3	Valeur du gain en pourcentage apporté à la limite de fatigue de fonte GS étudiées pour divers traitements de durcissement superficiels	23
I.4	caractéristiques cristallographiques des phases du système Fer-azote	33
I.5	Données thermodynamiques et cristallines de quelques nitrures	39
<b>CHAPITRE II</b>		
II.1	Différents modes de dissipation d'énergie en frottement	53
<b>CHAPITRE III</b>		
III.1	Compositions chimiques d'acier étudié	67
<b>CHAPITRE IV</b>		
IV.1	Représente les différents groupes d'échantillons	78
IV.2	groupe utilisation	78
<b>CHAPITRE V</b>		
V.1	Résultat de corrosion de différents échantillons	111
V.2	Rugosité	114
<b>CHAPITRE VI</b>		
VI.1	Comparaison entre les coûts des solutions proposées	124

## Résumé

---

L'objectif de ce travail est d'étudier l'influence des traitements thermochimiques (cémentation et nitruration) sur le comportement mécanique, tribologique et électrochimiques des aciers faiblement alliés.

Dans cette étude, nous avons choisi de travailler avec l'acier utilisé pour la fabrication des galets des convoyeurs à bobine. Ce choix est justifié par le fait que cet acier a présenté un problème d'usure et d'endommagement. Les échantillons sont prélevés à partir des galets des convoyeurs à bobines au niveau du Laminoir à Chaud (LAC, ArcelorMittal Annaba).

Les traitements thermochimiques employés dans ce travail sont réalisés au niveau du Complexe Moteurs Tracteur de Constantine avec des temps de séjour allant de 2h jusqu'à 6h.

Dans un premier temps, des tests de microdureté, d'usure par abrasion ainsi qu'une caractérisation électrochimique ont été effectués. Après quoi, une analyse métallographique par microscopie optique, des essais de rugosité, ainsi qu'une analyse par diffraction des rayons X ont été utilisés pour mettre en évidence l'évolution des échantillons étudiés.

Les résultats obtenus montrent que la nitruration en bain de sels permet d'améliorer sensiblement le comportement tribologique et électrochimique avec une augmentation de la dureté en surface du matériau étudié.

---

### **Mots clés :**

cémentation, nitruration, usure, microdureté, corrosion électrochimique, Métallographie, rayons X

إن الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير المعالجات الحرارية (الكربنة والنترجة) على الخصائص الميكانيكية، التريبولوجية و الكهروكيميائية للصلب منخفض الخلائط.

في هذه الدراسة، اخترنا العمل مع الفولاذ المستخدم في تصنيع عجلات السلسلة الناقلة للفائف الصلب. هذا الخيار له ما يبرره في ضوء حقيقة أن هذا الصلب أظهر مشكلة التآكل والتلف. العينات تم أخذها من عجلات سلسلة ناقلة في وحدة الدرفلة على الساخن بمركب أرسيلور ميتال عنابة.

المعالجات الحرارية المستخدمة في هذه الدراسة تمت في مجمع المحركات و الجرارات بقسنطينة حيث أن زمن المعالجة يتراوح بين 2سا إلى 6سا.

في البداية ، تم إجراء اختبارات الصلادة، كشط و كذلك دراسة كهروكيميائية. بعد ذلك تم استخدام تحليل فحص المعادن بواسطة المجهر الضوئي، اختبار الخشونة وتحديد طبيعة الطبقات المتكونة بواسطة حيود الأشعة السينية لتسليط الضوء على التغير الحاصل في العينات المدروسة.

أظهرت النتائج أن النترجة في حوض الأملاح يمكن أن تحسن بشكل ملحوظ السلوك التريبولوجي و الكهروكيميائي مع زيادة في الصلادة السطحية للمادة التي شملتها الدراسة.

### الكلمات الجوهرية:

الكربنة، النترجة، التآكل، الصلادة، الصدأ الكهروكيميائي، ميتالوغرافيا، الأشعة السينية

## *ABSTRACT*

---

The aim of this work is to study the influence of thermochemical treatments (carburizing and nitriding) on the mechanical, tribological and electrochemical properties of low alloy steels.

In this study, we chose to work with the steel used for the manufacture of coils conveyor rollers. This choice is justified by the fact that this steel has presented a severe problem of wear and damage.

Samples are taken from the conveyor rollers at Hot Rolling Mill of ArcelorMittal Annaba.

The thermochemical treatments used in this study are performed at the Engines & Tractors Factory of Constantine with holding times ranging from 2h to 6h.

Initially tests of micro-hardness, wear by abrasion, and an electrochemical characterization were performed.

Afterwards, a metallographic analysis by optical microscopy, roughness testing, and analysis by X-ray diffraction were used to highlight the evolution of the studied samples.

The obtained results show that salt bath nitriding can significantly improve the tribological and electrochemical behavior with an increase in the surface hardness of the material studied.

---

**Key words:**

carburizing, nitriding, wear, micro-hardness, electrochemical corrosion, X-ray diffraction.

## INTRODUCTION GENERALE

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.

Outre le durcissement provoqué par l'apport d'éléments tels que carbone et /ou azote suivi ou non, par un traitement thermique de trempe, on observe généralement l'établissement, dans la zone durcie, d'un champ de contraintes résiduelles de compression bénéfiques pour la tenue en fatigue des pièces.

L'effet du durcissement et des contraintes résiduelles sur la durée de vie des pièces a été encore largement étudié par de nombreux chercheurs. Plusieurs d'entre eux ont proposé des modèles de prévision de la durée de vie prenant en compte ces paramètres ainsi que leur évolution pendant la sollicitation.

On peut remarquer cependant que, pour ces modèles, ce sont toujours les contraintes résiduelles macroscopiques (premier ordre) qui sont prises en compte parce qu'il est actuellement très difficile, voire impossible, de mesurer les contraintes résiduelles du second et du troisième ordre (échelle du grain ou de la maille cristalline).

Or, c'est à l'échelle du grain et de la maille cristalline qu'interviennent les modifications qui se traduisent par un endommagement conduisant à la ruine du matériau.

Le premier chapitre, présente une étude bibliographique sur les traitements thermo-chimiques avec les différents procédés d'applications sur les matériaux (couches) traités, le second chapitre donne des notions tribologiques ainsi que le comportement des matériaux en frottement et à l'usure,

Le 3<sup>ème</sup> chapitre est consacré à une étude métallurgique du problème posé,

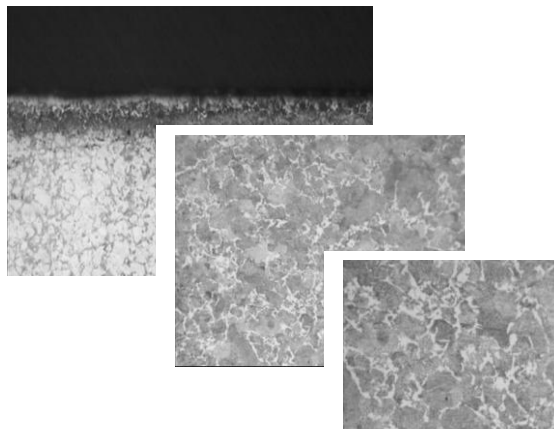
Le 4<sup>ème</sup> chapitre est consacré à la présentation des matériaux et techniques d'investigation utilisées,

Le 5<sup>ème</sup> chapitre, présente les différents résultats obtenus ainsi que leurs discussions, les solutions proposées et leurs évaluations sont présentés dans le dernier chapitre.

*CHAPITRE I*

---

*ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE*





---

**I.A/ CEMENTATION****I.1. Introduction.**

Les zones superficielles des pièces soumises à des sollicitations mécaniques ont un rôle important car leurs propriétés conditionnent la tenue au frottement, à l'usure et à la fatigue. On cherche donc souvent à réaliser des couches superficielles de dureté élevée reposant sur un cœur ductile. On rencontre ainsi la macrostructure suivante :

- Une couche superficielle majoritairement martensitique de dureté élevée et accrue par l'apport d'éléments durcissants (C en solution solide d'insertion),
- Un cœur de dureté plus faible ou peuvent être présentes bainite, ferrite et perlite.

Outre cette macrostructure générale, on peut rencontrer dans la couche cémentée de la perlite et de la bainite dont la présence est reliée à un phénomène d'oxydation interne, de la cémentite ou tout autre carbure allié avec des éléments d'addition du métal de base. On peut encore rencontrer de l'austénite non transformée après la trempe dont la présence est due à l'apport de carbone surabondant qui diminue la température de début de transformation martensitique. Ces différentes phases peuvent altérer de façon notable les propriétés des pièces cémentées et leur proportion jouera un rôle prépondérant sur le comportement global de la pièce.

De nombreux auteurs ont étudié les relations entre microstructure et propriétés mécaniques et en particulier l'influence de l'austénite résiduelle sur le comportement en fatigue. Certains auteurs [1] trouvent un effet favorable de l'austénite résiduelle pour des teneurs inférieures à 30% lié à l'accommodation de la structure, d'autres [2,3,4] observent un effet néfaste imputable à la diminution des caractéristiques mécaniques de la couche.

Les controverses sur le rôle joué par l'austénite proviennent du non prise en compte de certains paramètres. Par exemple, pour un taux d'austénite donné obtenu par des méthodes différentes (traitement au froid, abaissement de  $M_s$ ,...), les comportements sont très différents. Par exemple, Beumelburg [2] explique cette différence par la répartition inégale des contraintes propres à chaque phase.

La structure est donc un paramètre essentiel en cémentation et les paramètres conditionnant son obtention sont à choisir précisément. Nous décrivons par la suite les différentes étapes de la cémentation ainsi que son influence sur les caractéristiques microstructurales et mécaniques.

I.2. Processus d'apport de carbone à la surface des pièces.

I.2.1. Influence des paramètres liés à l'atmosphère de cémentation et rôle des éléments d'alliage sur la teneur superficielle en carbone.

I.2.1.1. Réactions chimiques mises en jeu pendant la cémentation.

Le tableau I.1 dû à Mouflard [5] résume les principales réactions et indique les valeurs des constantes de réaction  $K_i$  pour diverses températures ( $a_C = 1$ ).

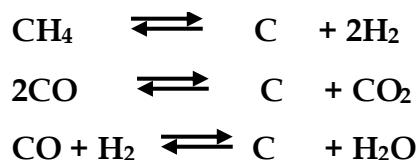
Tableau I.1 : Réactions et constantes de réaction en fonction de la température [5].

	Réactions	Relations	$K_i$		
			700°C	800°C	900°C
1	$2CO = CO_2 + C$	$P_{CO}^2 / P_{CO_2} = K_1$	1.01	10	37.6
2	$CH_4 = 2H_2 + C$	$P_{CH_4} / P_{H_2}^2 = K_2$	0.138	0.05	0.021
3	$CO + H_2O = CO_2 + H_2$	$(P_{CO} \cdot P_{H_2O}) / (P_{CO_2} \cdot P_{H_2}) = K_3$	1.54	1.05	0.764

Selon Mouflard [5], dans la pratique industrielle, il faut cependant tenir compte des hétérogénéités de température qui existent dans le four car le gaz, en circulation rapide, se stabilise à une température moyenne légèrement différente de celle des pièces. Si on résout le système des relations 1 et 2 en imposant pour valeur de température, la température des pièces, on obtient généralement deux valeurs pour l'activité du carbone :  $a_{C1}$  déduite de 1 et  $a_{C2}$  déduite de 2.

Avec:  $K_1 = P_{CO}^2 / P_{CO_2} \times a_{C1}$  et  $K_2 = P_{CH_4} / (P_{H_2}^2 \times a_{C2})$

Pour les atmosphères, k composants multiples (CO; CO<sub>2</sub>; CH<sub>4</sub>; H<sub>2</sub>; H<sub>2</sub>O; N<sub>2</sub>), Collin et col cités par Parrish [3], montrent que l'on peut rendre compte du processus de cémentation par la considération des trois réactions de cémentation suivantes:



A l'interface métal- gaz, le flux de carbone  $J$  ( $\text{g.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ ), produit par ces réactions à la surface du métal, doit être égal au flux qui traverse la surface suivant la relation :

$$-\rho D \cdot dc/dx = \rho R (a_g - a_s) = \rho R \gamma (C_g - C_s) = J \quad \dots I.1$$

Où:

$\rho$  - densité de l'acier en  $\text{g/cm}^3$  ;

$\gamma$  -coefficient d'activité,

$D$  - coefficient du carbone à la surface,

$R$  - coefficient de vitesse de réaction,

$C_s$ - teneur en carbone à la surface correspondant à une activité superficielle  $a_s$ ,

$C_g$ - teneur en carbone à l'équilibre de l'acier correspondant à l'activité du carbone dans le gaz  $a_g$  ;

$C_g - C_s$  - représente la différence du potentiel de la relation.

Appliquée aux réactions précédentes, la relation donne pour le flux du carbone :

$$J = \rho [ R_1 ( a_{g1} - a_s ) / a_s + R_2 ( a_{g2} - a_s ) / a_s + R_3 ( a_{g3} - a_s / a_s ]$$

Où  $R_1, R_2, R_3$  dépendent de la température suivant une loi d'Arrhénius.

L'importance relative des trois réactions au regard de leur coefficient de vitesse de réaction est mise en évidence sur la figure I.1.

La teneur en  $\text{CO}_2$  est la variable souvent utilisée pour la régulation des fours de cémentation. Il est aussi possible d'utiliser le point de rosée de (atmosphère de traitement) En effet Mouflard [5] indique que le rapport  $\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}$  est constant pour une température donnée et montre la relation point de rosée - teneur en  $\text{CO}_2$  à la température de  $850^\circ\text{C}$  (Figure I.2a). Chatterjee-Fisher [7] montre de même la relation entre point de rosée teneur en carbone d'un feuillard (Figure I.2b) assimilée a un potentiel de carbonituration.

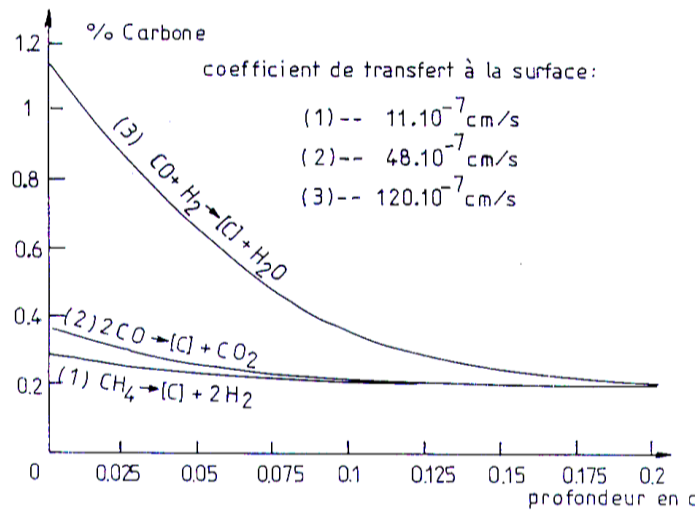


Figure I.1: Importance relative des réactions de cémentation suivant les coefficients de transfert [6]

De plus le point de rosée ne varie pas assez vite dans le four que la teneur en  $\text{CO}_2$  (Figure I.3), la régulation par point de rosée peut ainsi s'accommoder d'un régulateur plus simple [8].

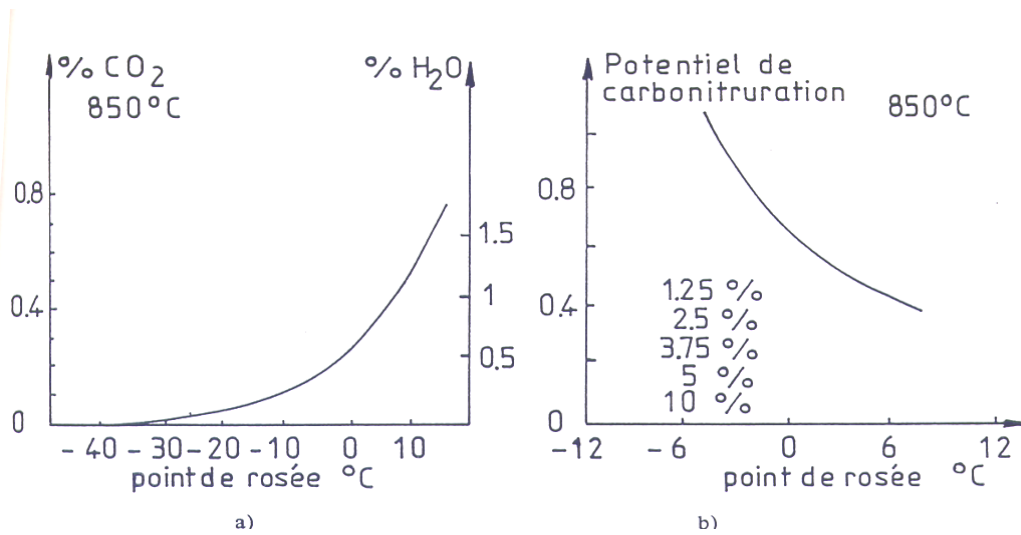


Figure I.2 : a - Relation point de rosée - teneur en  $\text{CO}_2$  à  $T = 850^\circ\text{C}$  [5]  
 b - Relation point de rosée - teneur en carbone d'un feuillard [7].

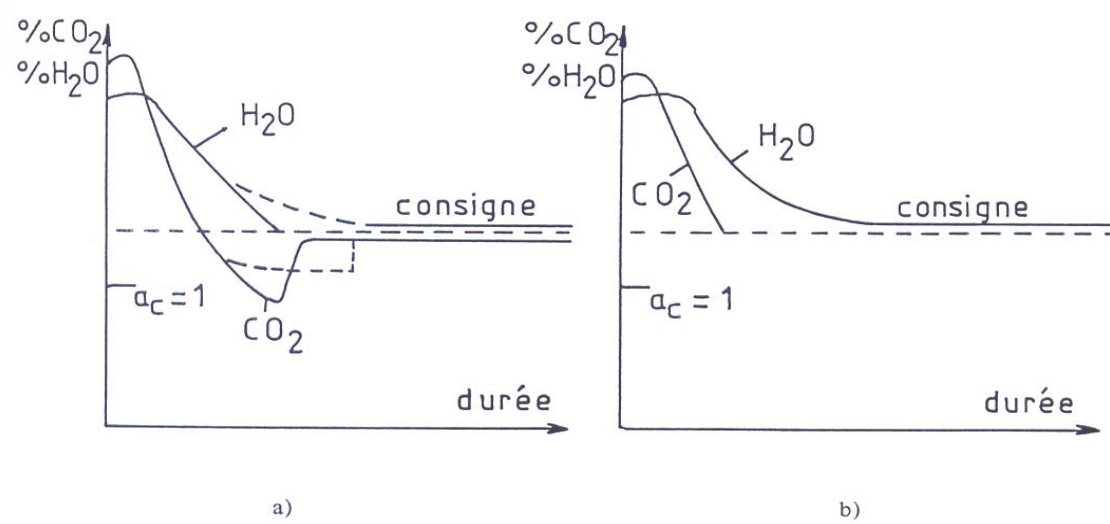
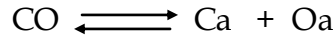


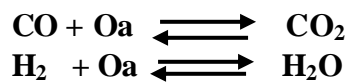
Figure I.3: Variation de  $CO_2$  et de  $H_2O$  dans un four de cémentation fortement chargé[8]  
a - régulation par point de rosée.  
b - régulation par  $CO_2$ .

I.2.1.2. Phénomènes secondaires accompagnant la cémentation.

En plus des réactions chimiques précédentes, la cémentation dans un four industriel est due, selon Prunel [9], à la réaction



Qui fait apparaître dans les sites d'absorption de l'extrême surface des atomes de carbone et d'oxygène, l'oxygène pouvant repasser en phase gazeuse suivant les réactions :



Cette dernière étant 16 fois plus rapide que la précédente [10], l'oxygène peut ainsi pénétrer à l'intérieur des pièces en provoquant la précipitation de composés définis avec des éléments d'alliage à forte affinité pour l'oxygène comme le manganèse et le chrome par exemple. La figure I.4 représente les potentiels d'oxydation de divers éléments dans une atmosphère endothermique à 930°C.

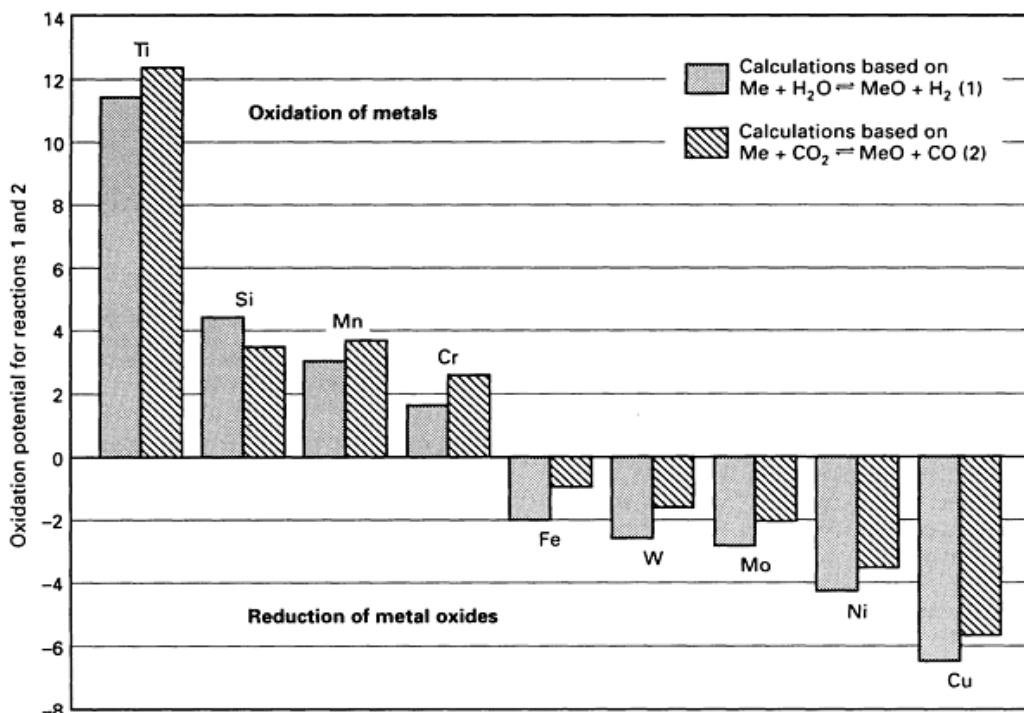


Figure I.4 : Potentiel d'oxydation de divers éléments pendant un maintien à 930°C dans une atmosphère endothermique [11,76]

### I.2.1.3. Influence des éléments d'alliage.

Les éléments d'alliage sont présents dans les aciers de cémentation pour améliorer leur aptitude à subir la transformation martensitique (trempabilité). Plus l'acier est trempant et moins il est nécessaire de refroidir énergiquement une pièce pour obtenir la transformation martensitique. Tous les éléments d'alliage, à l'exception du cobalt, augmentent la trempabilité mais dans des proportions variables, ainsi le chrome, le manganèse et le molybdène qui intervient dans les aciers de cémentation apportent une forte augmentation de trempabilité [12].

La présence d'éléments d'alliage dans l'acier modifie l'activité du carbone dans l'austénite (Figure I.5).

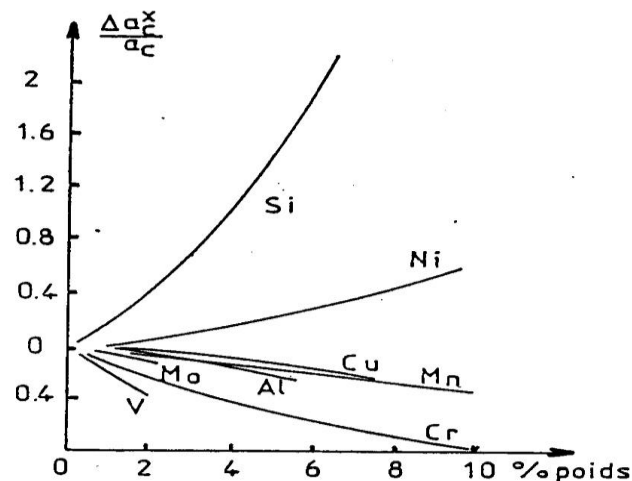


Figure I.5 : Modification de l'activité du carbone dans l'austénite en fonction de la teneur en éléments d'addition [13]

Les éléments tels que le chrome ou le manganèse sont sur carburants tandis que le silicium et le nickel sont sous carburants, Gunnarson [14] a établi la relation suivante pour estimer la teneur superficielle en carbone d'aciers cémentés en fonction de leur composition centésimale:

$$\log(C_e/C) = 0.055Si - 0.013Mn - 0.04Cr + 0.014Ni - 0.013Mo \quad \dots \quad I.2$$

Où  $C_e$  est la teneur en carbone du métal non allié, et  $C$  la teneur en carbone du métal cémenté.

Wada cité par Parrish [6] développe une relation similaire :

$$\log(C/C_e) = - [ e_{Si} c_{Si} + e_{Mn} c_{Mn} + \dots ] - [ r_{Si} c_{Si} + r_{Mo} c_{Mo} ] [ C - C_e ] \dots \quad I.3$$

Où les coefficients  $e_{Si}$  et  $r_{Si}$  sont représentatifs des influences respectives des différents éléments (tableau I.2).

Tableau I.2 : Valeurs des coefficients de Wada pour divers éléments d'alliage [6].

éléments d'alliage	$e'_c$	$r'_c$
C	180/T	-
Si	0.0864	7.5/T
Ni	0.0029 + 19.2/T	-
Co	12.2/T	-
Mn	- 22.4/T	-
Cr	0.051 - 126/T	-
Mo	0.0155 - 60.3/T	7.1/T
V	- 0.073	-

Un point important est aussi que les éléments tels que le chrome, le manganèse et surtout le molybdène déplacent la limite de solubilité du carbone dans l'austenite vers la gauche (ligne Ac<sub>m</sub> du diagramme fer-cémentite). Nous verrons plus loin que lorsque la teneur totale en atomes interstitiels est forte, il peut y avoir dépassement de cette limite et précipitation de carbures.



**I.2.2 Diffusion du carbone.**

La diffusion du carbone à la surface résulte de la recherche d'un équilibre entre la concentration de carbone provenant du milieu carburant et la concentration initiale en carbone de l'acier [14].

D'une manière générale, la cémentation conduit à un gradient de carbone à travers la couche de l'acier via un processus de diffusion obéissant aux lois de la diffusion proposées par Fick [15], à partir d'une analogie avec le transfert de chaleur par conduction. La relation:

$$J = - D (dC/dx) \quad \dots I.4$$

Où  $J$  : flux par unité de surface,

$D$  : coefficient de diffusion,

$(dC/dx)$  gradient de concentration.

I.4 est appelée première loi de Fick, application de cette loi aux faces opposées d'un cube élémentaire et en considérant le flux à travers le cube, conduit à l'expression suivante, connue sous le nom de seconde loi de Fick:

$$dC/dt = D \cdot (d^2C/dx^2) \quad \dots I.5$$

Où  $t$  est le temps

Si on fait l'hypothèse que le coefficient de diffusion est constant, la solution de l'équation précédente est d'après Crank [16]:

$$(C-C_0)/(C_g-C_0) = \operatorname{erfc}(x/2(Dt)^{1/2}) - \exp[hx + h^2Dt] \cdot \operatorname{erfc}(x/2(Dt)^{1/2} + h(Dt)^{1/2}) \quad \dots I.6$$

Où  $C_0$  : concentration en carbone du métal de base,

$C_g$  : potentiel carbone de l'atmosphère,

$C$  : concentration en carbone à la distance  $x$  de la surface,

$t$  : temps en secondes,

$h$  :  $\alpha / D$  (cm<sup>-1</sup>) avec coefficient de transfert en surface,

$\text{erfc}(z) = 1 - \text{erf}(z)$ , avec  $\text{erf}(z)$  la fonction erreur de Gauss  $= \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z e^{-Z^2} dZ$

(On en trouvera une démonstration dans l'annexe de l'article de Kaczala, Peugeot et Meynet [17]).

Si l'on considère que le transfert gaz-metal à travers la surface est très rapide, la teneur en carbone à la surface peut être assimilée au potentiel carbone de l'atmosphère et l'équation précédente se réduire à:

$$(C - C_0)/(C_g - C_0) = \text{erfc}(x/2(Dt)^{1/2}) \quad \dots \text{I.7}$$

C'est dans cette équation que la plupart des relations empiriques trouvent leur origine. On peut constater que pour une concentration initiale nulle, le seul paramètre impliqué est le rapport sans dimension  $x/2(Dt)^{1/2}$ , il s'en suit les "règles" suivantes:

- La distance à la surface pour laquelle on obtient une concentration donnée, est proportionnelle à la racine carrée de la durée de traitement,
- La durée nécessaire pour obtenir une concentration fixée à une profondeur donnée est proportionnelle au carré de la distance et inversement proportionnelle au coefficient de diffusion.

En réalité le coefficient de diffusion n'est pas constant, il varie avec la concentration et les solutions de l'équation de diffusion donnée plus haut ne sauraient être utilisées en pratique que comme méthode d'approximation.

Smith [18] et Wells [19] ont montré tous deux que la diffusivité du carbone dans l'austénite croît rapidement avec la concentration en carbone. Smith indique de plus qu'une partie de cet accroissement peut être attribuée à la dépendance du coefficient d'activité ( $\gamma$ ) du carbone dans l'austénite avec la concentration suivant la relation :

$$D = D_i (1 + C \ln \gamma / dC) \quad \dots \text{I.8}$$

où  $C$  est la concentration en % massique et  $\gamma = a_c/qC$  où  $q$  est un paramètre représentant l'effet des éléments d'alliage.

La figure I.6 montre que l'introduction de ce terme conduit à une diffusivité pratiquement indépendante de la concentration atomique.

En poussant plus loin l'analyse, Asimov [20] obtient :

$$D = A \exp[-\Delta G/RT + K].(1 + d \ln \gamma / d \ln C) \quad \dots \text{I.9}$$

Où K est un paramètre correspondant à l'augmentation du paramètre cristallin de l'austénite en fonction de la teneur en carbones et de la température, A est une constante et G, l'énergie d'activation de la diffusion.

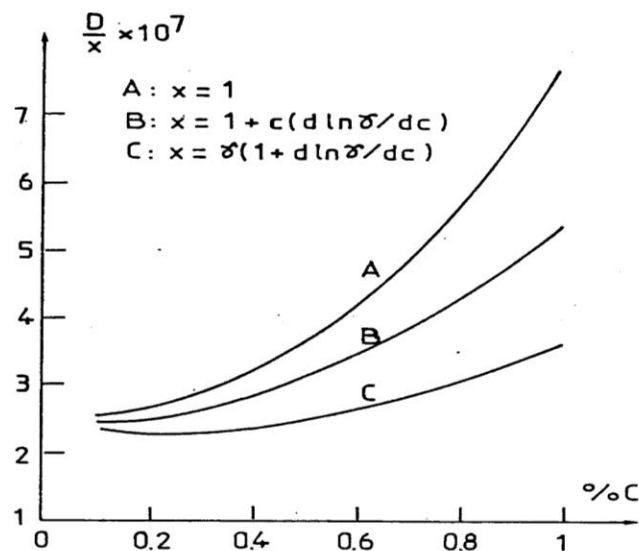


Figure I.6 : Relation entre la diffusivité et la concentration en carbone à 1000°C, influence de la variation d'activité [18]

En utilisant cette approche Collin et col. (Cités par [11]) obtiennent une relation décrivant la variation du coefficient de diffusion du carbone dans l'austénite en fonction de la teneur en carbone et de la température:

$$D = 1.43 \exp [-19900/T] \cdot \exp [2.42 \cdot 10^{-3} \cdot C \cdot \exp (6790 / T)] / (1 - 0.232C) \quad \dots \text{I.10}$$

### **I.3- Critères d'obtention de la structure.**

#### **I.3.1 Epaisseur.**

La profondeur de cémentation est définie, par convention, par la profondeur à laquelle on obtient une dureté donnée de 550HV (NF A04-209). Cette profondeur dépend essentiellement de la teneur en carbone et du degré de transformation en martensite, ces paramètres étant liés par les lois de Brisson [21] relatives à la dureté après trempe.

#### **I.3.2. Oxydation superficielle.**

Ce phénomène est dû à la réaction de l'atmosphère avec certains éléments d'alliage tels que chrome ou manganèse. Ces éléments formant ainsi des oxydes ne peuvent plus jouer leur rôle sur la trempabilité superficielle [22]. Il s'en suit une formation de microstructures perlitiques ou bainitiques en surface.

Cette oxydation, localisée sur quelques dizaines de microns, modifie la tenue en fatigue car elle affecte sensiblement la distribution des contraintes résiduelles de surface prépondérantes pour la tenue en fatigue [23] comme nous le verrons par la suite. L'oxydation superficielle peut être évitée de différentes manières

- par grenailage [22],
- par traitement thermo-chimique sous pression réduite [24],
- en modifiant la composition chimique de l'acier par réduction de la teneur en éléments oxydables [23],
- ou en éliminant la zone oxydée par rectification [22].

#### **I.3.3. Influence de l'enrichissement de la couche en carbone**

Le gradient de concentration, obtenu par la cémentation, entre coeur et couche est d'autant plus accentué que le métal de base est pauvre en carbone. Généralement, les aciers de cémentation ont une teneur en carbone inférieure à 0.25 % [5]. L'élévation de la concentration se traduit par la diminution des températures de transformation à l'équilibre, par l'abaissement des températures de début et fin de transformation martensitique ( $M_s$  et  $M_f$ ) et le décalage des courbes TTT vers la droite [5].

Le but recherché en cémentation est l'obtention d'une couche martensitique, obtenue après durcissement par trempe suivie de revenu, contenant au plus 25 % d'austénite retenue [25]. La relation entre le taux d'austénite retenue et la teneur en carbone est montrée par la figure I.7.

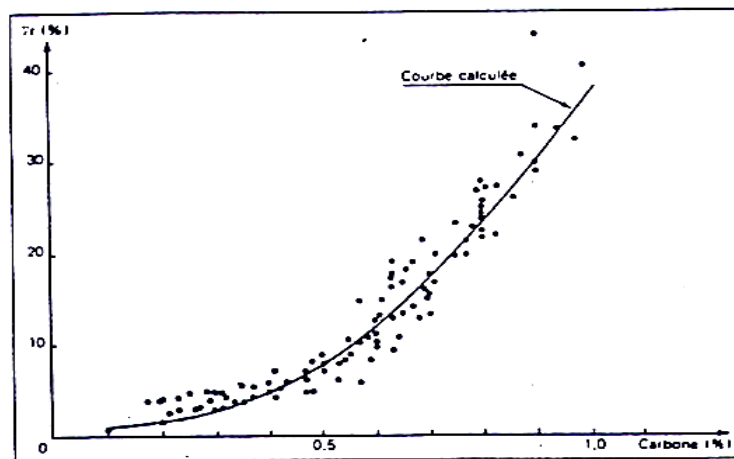


Figure I.7 : Taux d'austénite résiduelle en fonction du pourcentage de carbone [14].  
La dureté de la martensite croît avec la concentration en carbone en solution d'insertion comme on peut le constater sur la figure I.8.

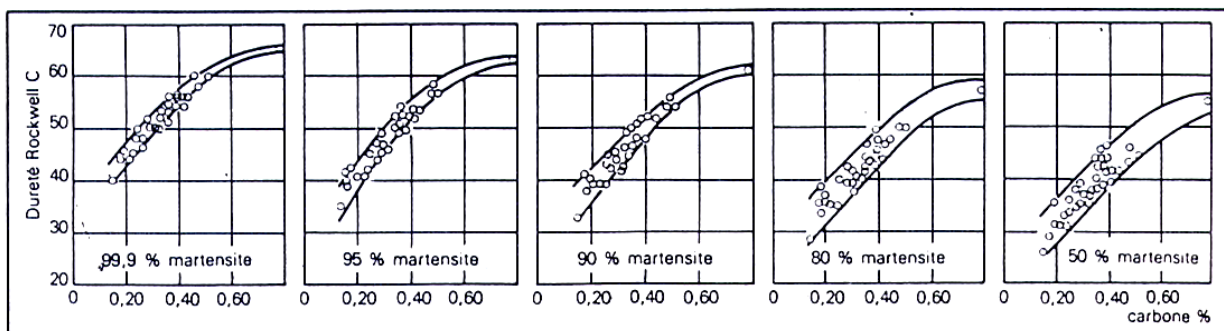


Figure I.8 : Dureté de la martensite en fonction de la teneur en carbone [14].

Une quantité notable de carbures peut cependant être présente pour les teneurs en carbone élevées. Du point de vue mécanique on cherche à éviter la présence de carbures, il est néanmoins toléré la présence de quelques nodules de cémentite.

**I.3.4. Carbures.**

Les carbures apparaissent dans la couche cémentée lorsque la ligne ACm du diagramme d'équilibre est franchie. Les paramètres essentiels sont donc la composition du métal de base ainsi que la teneur en carbone mais aussi le temps de maintien à la température avant trempe. Une formulation mathématique déduite de [27,28,29] permet d'évaluer le risque d'apparition des carbures

$$ACm = 4798,6 / Pn [(1-19,6 C) / (1 + u) C] \quad \dots \text{I.11}$$

Avec ACm : température de début de précipitation des carbures

C : teneur en carbone

$$U = (0,15 + 0,033 Si) Si - 0,0365 Mn - (0,13 - 0,0055 Cr) Cr + (0,03 + 0,00365 Ni) Ni - (0,025 + 0,01 Mo) Mo - (0,03 + 0,02 Al) Al - (0,016 + 0,014 Cu) Cu - (0,22 - 0,01 V) V.$$

Cette relation permet de s'affranchir d'autres paramètres tels que la vitesse de refroidissement ou encore la température du milieu de trempe.

**I.3.5. Microstructure.**

Outre les constituants indésirables (carbures, oxydes) décrits plus haut, la couche cémentée trempée peut présenter les constituants martensites, austénite résiduelle (ou retenue) et bainite, dont les propriétés sont les suivantes :

**I.3.5.1. Austénite résiduelle.**

La présence d'austénite résiduelle provient du fait que la couche est trop chargée en éléments qui abaissent la température de transformation martensitique (Cr, Ni, Mn, N) ou d'une stabilisation de l'austénite au cours du cycle de trempe [5]. Ceci a été mis en évidence par Koistinen et Marburger [29] qui, en présence uniquement de martensite et d'austénite, prévoient la fraction volumique d'austénite résiduelle par la relation

$$F_{VA} = \exp [-1,1 \cdot 10^{-2} (Ms - Tq)] \quad \dots \text{I.12}$$

Où Ms est la température de début de transformation martensitique et Tq la température du milieu de trempe. Ms peut être calculée, par exemple, par la relation de Steven et Haynes [30], complétée par Haynes [31] puis par Parrish [32]

$$Ms = 561 - 474C - 33Mn - 17Cr - 17Ni - 21Mo + CP$$

ou CP est la correction de Parrish à effectuer lorsque la teneur en carbone dépasse 0,596 (figure I.9).

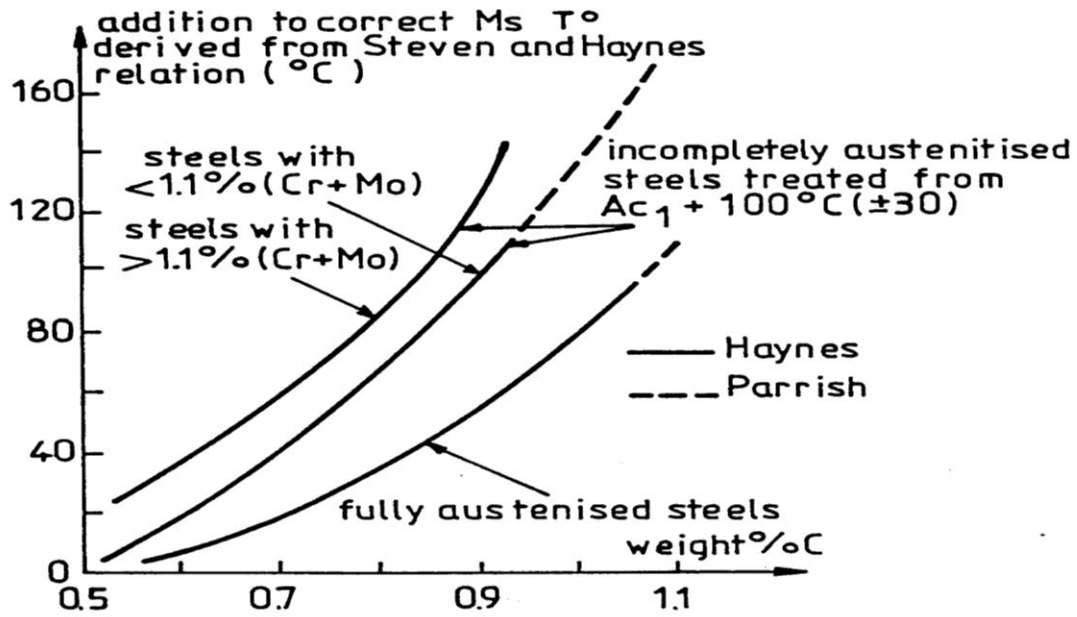


Figure I.9 : facteur de correction de Parrish en fonction de la teneur en carbone.

Dans le cas de teneurs en carbone comprises entre 0,6 et 0,8 %, la température de trempe à peu d'influence sur la teneur en austénite résiduelle dans le domaine de température allant de 840 à 900°C. Pour des teneurs en carbone plus élevées (1 %), Convert [22] note une différence d'environ 8 % entre 840 et 900°C. Ceci est le reflet d'une modification de composition chimique de l'austénite avant trempe par précipitation de carbures.

La relation de Koïstinen et Marburger est prévue pour des trempes rapides d'aciers. Pour des refroidissements plus lents, Meyzaud et Sauzay [33] ont établi une relation déduite de celle de Koïstinen et Marburger en introduisant la durée de refroidissement entre 700 et 300 °C (partie généralement linéaire de la courbe de refroidissement).

$$\Gamma = (1 - x) [\exp - 1,1 \cdot 10^{-2} (M's - 20) (I-u)] \quad \dots I.13$$

avec  $u = 0,41 [1 - \exp(-0,03 t_{700-300})]$

Ou x représente s'il y a lieu la fraction d'un constituant formé avant la martensite et M's la température à laquelle commence la transformation martensitique de l'austénite restante.

Nous venons de voir le processus de formation de l'austénite ainsi qu'une méthode de prévision de la fraction volumique d'austénite à partir des données du traitement. Pour le dosage expérimental du taux d'austénite, trois techniques sont proposées dans la bibliographie [34]

1. dosage micrographique: Halraken [35] cité par [34] fait l'hypothèse que la fraction d'austénite interceptée par une droite passant au hasard à travers un agrégat, fournit une estimation du pourcentage en volume.
2. dosage radio cristallographique : c'est une méthode semi-quantitative qui part du principe que l'intensité de diffraction d'une phase dans un mélange est proportionnelle à la fraction volumique de cette même phase, le coefficient de proportionnalité dépendant de la nature du cristal analysé.
3. analyse dilatométrique : Duval [36] cité par [34] suppose que le coefficient de dilatation du métal obéit à une loi des mélanges en fonction des coefficients de dilatation de chaque phase et de leurs quantités respectives.

### **I.3.5.2. Bainite**

#### **I.3.5.2.1 Bainite supérieure.**

Du point de vue micrographique, la bainite supérieure a un aspect ramifié "granulaire" aux contours mal définis. La microscopie électronique montre qu'elle est en fait constituée d'un agrégat de ferrite et de carbures enrobant des plages d'austénite stabilisée [37]. La nucléation de la ferrite se fait essentiellement aux joints de grains austénitiques et donne lieu à des lattes légèrement désorientées les unes par rapport aux autres. On observe une sursaturation de la ferrite d'autant plus accentuée que l'austénite initiale est riche en carbone ainsi qu'une rétention d'austénite localise généralement les lattes de ferrite [38].

Dans ces zones austénitiques chargées en carbone, il y a précipitation de carbures qui prennent naissance le long des grains entre deux lattes voisines de ferrite.

Avec l'accroissement de la teneur en carbone ou la diminution de la température de transformation, la largeur des lattes ferritiques décroît et par conséquent la quantité de carbures précipités. Pour certaines compositions et vitesses de refroidissement, le carbone de l'austénite enrichie ne précipite pas mais reste en solution dans l'austénite résiduelle ou dans la martensite [39]. La bainite supérieure contient une grande densité



de dislocations et les carbures mis en évidence dans ce constituant sont toujours de type cémentite. Aucun travail ne porte sur l'aspect cristallographique de la bainite supérieure contenant des carbures alliés.

#### **I.3.5.2.2. bainite inférieure.**

La bainite inférieure se présente sous forme d'aiguilles très fines à l'intérieur desquelles les carbures sont alignés à environ 60° sur la direction de croissance des aiguilles de ferrite [37]. Dans ce cas, la nucléation se produit aux joints de grains austénitiques mais peut se faire, de façon moins fréquente, à l'intérieur des grains. La ferrite paraît se former par cisaillement et il a été montré que la première latte de bainite inférieure à se former est sursaturée en carbone avec un taux supérieur à celui de la bainite supérieure [38], la croissance s'accompagnant alors d'une précipitation de carbures [40]. La morphologie des carbures est totalement différente de celle de la bainite supérieure dans la mesure où ils se forment à l'intérieur des lattes de ferrite. De plus, il n'existe pas de preuves que la finesse de la ferrite soit responsable de la morphologie de ces carbures [41]. En effet, il est probable que la précipitation à l'intérieur d'une même phase se produise pendant la croissance des lattes. Dans ce cas également, la ferrite contient une quantité considérable de dislocations dans un enchevêtrement complexe.

#### **I.3.5.2.3. Cinétique de formation de la bainite.**

Les différentes études sur la cinétique de formation de la bainite reposent sur la résistivité ou sur des techniques de microscopie à haute température. Il est généralement admis que pour des teneurs en carbone supérieures à 0.5 96, il existe une discontinuité dans la réaction à la température de 350°C. Au dessus de 350°C, c'est la bainite supérieure qui se forme alors qu'en dessous c'est la bainite inférieure. Radcliffe [42] a montré que les énergies d'activation pour la formation de la bainite supérieure et inférieure sont approximativement celles de la diffusion du carbone respectivement dans l'austénite et la ferrite.

Pour des aciers à faibles teneurs en carbone, le passage de bainite supérieure à inférieure se produit à une température supérieure 350°C, cette température fluctuant avec la teneur en carbone. Cette variation est montrée figure I.10 (d'après [39]) sur laquelle a été portée une extrapolation de la ligne Ac<sub>m</sub>. Lorsqu'il y a franchissement de la ligne Ac<sub>m</sub>, la température de transformation décroît rapidement puis se stabilise.

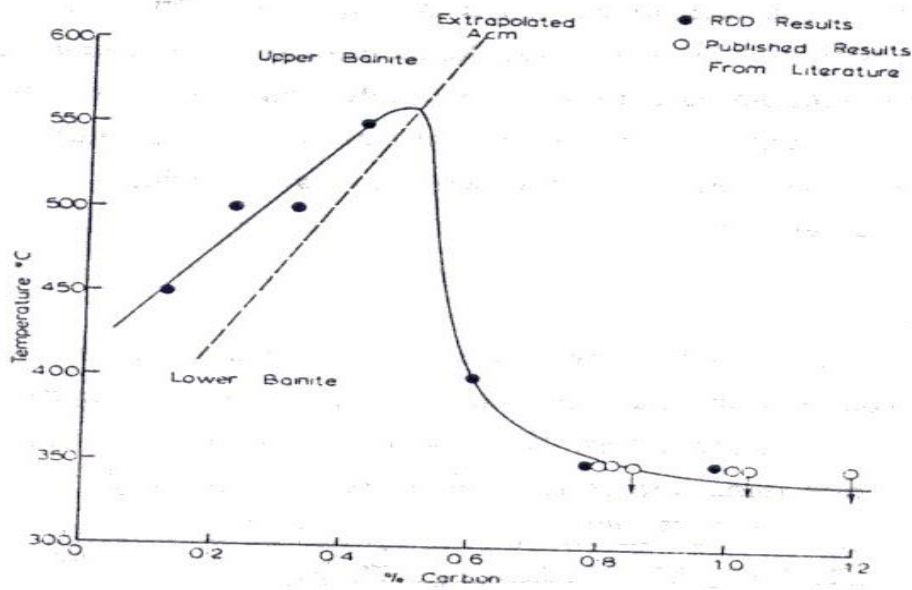


Figure I.10 : Effet de la teneur en carbone sur la transformation de bainite supérieure en bainite inférieure [39].

## I.4. Propriétés mécaniques.

### I.4.1. Introduction.

Le durcissement superficiel des matériaux métalliques peut être obtenu par une grande diversité de procédés mécaniques, thermiques, thermochimiques ou physico-chimiques. Les buts poursuivis sont principalement l'amélioration de la résistance à l'usure et à l'oxydation à basse ou haute température.

Du point de vue de la résistance à la fatigue, seuls sont recherchés les traitements conduisant à un état de contraintes résiduelles de compression au voisinage de la surface des matériaux. En effet, la couche extérieure est mise en compression par les différents phénomènes qui interviennent lors des traitements thermiques et le cœur en traction pour réaliser l'équilibre des contraintes [43]. Ainsi, la superposition de ces contraintes avec la contrainte appliquée conduit à un état de contraintes résultant plus favorable en particulier lors de sollicitations de flexion.

Les propriétés mécaniques des couches durcies sont liées aux facteurs macrostructuraux (épaisseur durcie, résistance à cœur, contraintes résiduelles) et microstructuraux (structure de trempe, taux d'austénite résiduelle, présence d'oxydes en surface...).

Dans les modèles de prévision du comportement en fatigue d'aciers durcis superficiellement, deux aspects liés soit aux contraintes résiduelles [44] soit à la microstructure [45] sont pris en compte. L'existence de ces deux approches n'est pas étonnante puisque les contraintes résiduelles et microstructure sont intimement liées [46] et par conséquent avec le profil de concentration en carbone [23].

Pour un traitement industriel de cémentation, la microstructure de la couche est essentiellement martensitique, mais suivant les paramètres de cémentation et trempe, une quantité non négligeable d'austénite résiduelle ou même de bainite peut être présente [47]. Ainsi, l'intensité, la répartition et même le signe des contraintes résiduelles dans la couche sont très diverses et les propriétés mécaniques qui en découlent en sont très affectées.

**I.4.2. Dureté.**

La dureté est un phénomène essentiel en cémentation, elle résulte d'un enrichissement en carbone d'une part et à la formation de martensite d'autre part, ces deux paramètres étant étroitement liés. Wyss [48] a construit un abaque permettant de prévoir le profil de dureté dans une couche cémentée (Figure I.11).

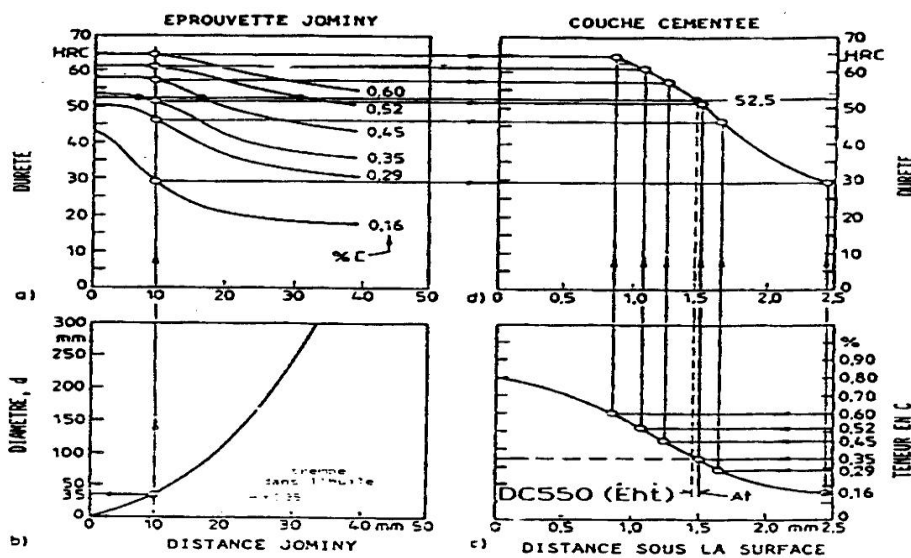


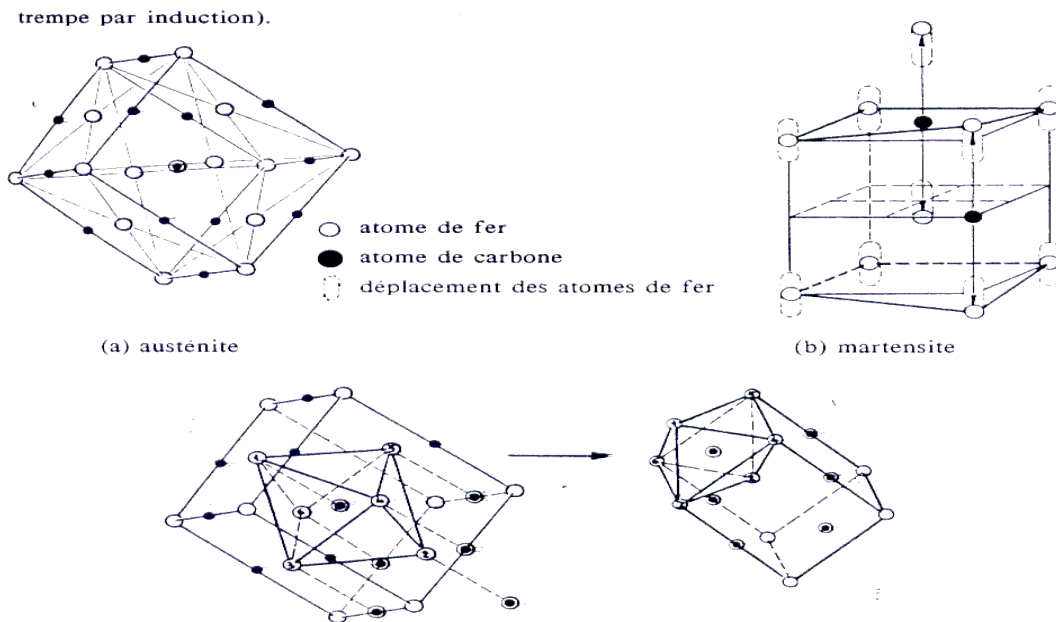
Figure I.11 : Détermination du profil de dureté dans la couche cémentée (d) à partir du profil de dureté dans une éprouvette Jominy (a) et du profil de carbone dans la couche cémentée (c) pour le cas d'une trempe à l'huile d'un cylindre de 35 mm de diamètre (d) avec une sévérité de trempe  $H = 0.35$  [43]

I.4.3. Origine des contraintes résiduelles.

L'origine des contraintes résiduelles peut être thermique ou provenir d'un changement de structure lors du traitement thermique lié à la transformation austénite - martensite.

La transformation austénite-martensite introduit des contraintes car le réseau de la martensite est un réseau cubique centré (celui de la ferrite) qui est distordu par (insertion d'atomes de carbone (tétragonal centré car la distorsion se fait dans une seule direction [43])).

Cette transformation est illustrée par la figure I.12 ce qui donne la correspondance des interstices occupés par le carbone dans le réseau de l'austénite (CFC) et dans le réseau de martensite.



(a) austénite

(b) martensite

- interstice dans le système cubique à faces centrées
- interstice commun aux systèmes cubique à faces centrées et cubique centré

Figure I.12 : Transformation austenite-martensite [43]

De plus, les positions indiquées pour le carbone dans le réseau martensitique sont des positions possibles mais elles ne sont pas toutes occupées. Il est généralement admis que seul un site sur douze est occupé. D'autre part, il faut savoir que la martensite peut s'appauvrir en carbone par un revenu thermique ou mécanique et modifié ainsi la dureté et les contraintes résiduelles.

#### I.4.4. Contraintes résiduelles propres à chaque phase.

Les contraintes résiduelles propres à la martensite et l'austénite mesurées par Beumelburg [2] pour des teneurs en austénite résiduelle variant de 5 à 50 % montrent que pour la martensite ces contraintes propres varient d'un état de compression vers zéro alors que celles de l'austénite varient de traction vers zéro (Figure I.13) lorsque la teneur en austénite croît.

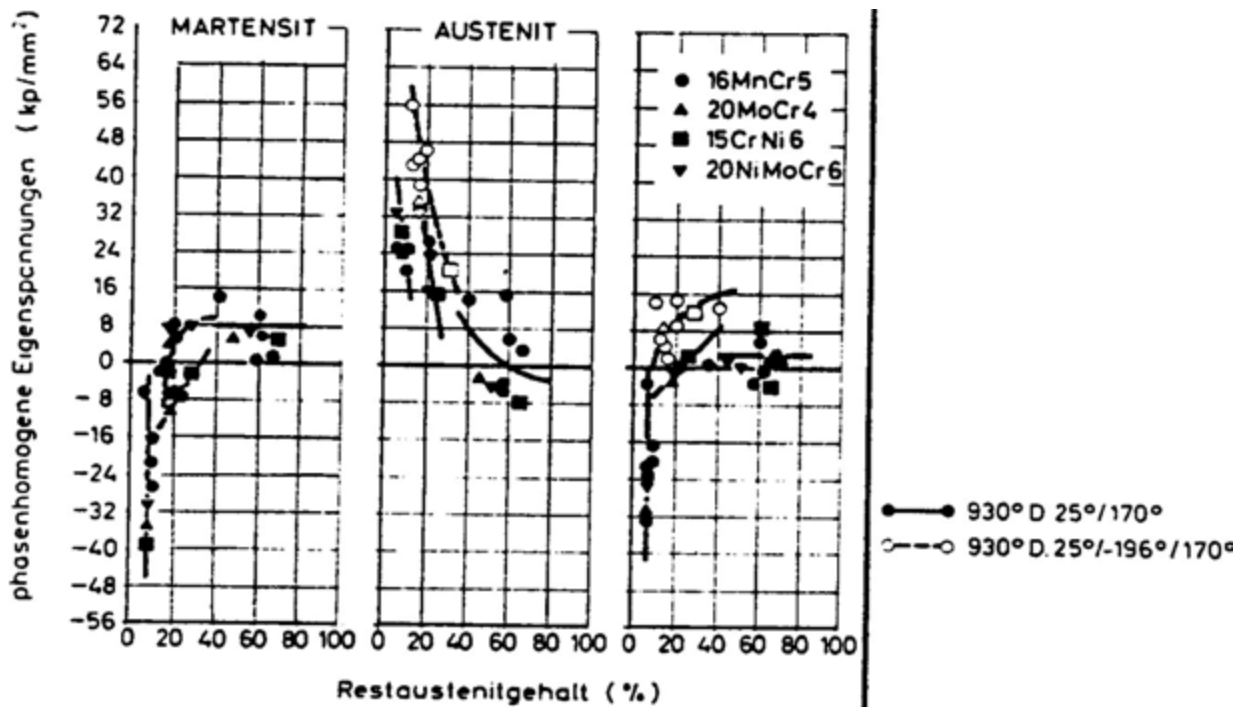


Figure I.13 : Influence de l'austénite résiduelle et de la teneur en carbone superficielle sur les contraintes propres de la martensite et de l'austénite et sur les macrocontraintes [2]

**I.4.5. Influence de l'austénite résiduelle sur les propriétés mécaniques.**

Pour Wyszkowski [1], la présence dans une couche de l'austénite résiduelle à une teneur pouvant atteindre 50 % n'exerce pas d'influence nuisible sur les propriétés mécaniques (résistance, plasticité, endurance et résistance à la fissuration superficielle). La modification des propriétés accompagnant la diminution de l'austénite résiduelle dépend du type d'acier et du traitement thermique. L'influence nuisible d'un traitement par le froid sur les propriétés mécaniques s'explique par un accroissement considérable du nombre de microfissures et par un changement de répartition des contraintes internes du premier ordre. Ceci peut être relié à une diminution du taux d'austénite résiduelle par transformation martensitique.

Pour Beumelburg [2], l'austénite résiduelle favorise la formation de macrocraques par l'intermédiaire de microcraques superficielles ainsi que la croissance de ces craques par le nombre élevé de microcraques et la transformation ultérieure de l'austénite résiduelle sur le front de propagation de la craque par application des contraintes. Ces microcraques apparaissent aux joints des plaquettes de martensite et d'austénite, et des plaquettes de martensite entre elles mais jamais dans l'austénite résiduelle [2].

**I.4.6. Contraintes résiduelles - Résistance à la fatigue.**

Cette partie est consacrée à une revue des principaux traitements conduisant à un état de contraintes résiduelles de compression et de leurs effets sur la résistance à la fatigue ainsi qu'un rappel des divers modèles de prévision du comportement en fatigue.

Les valeurs des limites de fatigue obtenues à l'issue des traitements de durcissement superficiel, traduites sous forme de gain comparativement aux performances du matériau de base, montrent que la grande majorité des procédés de durcissement superficiel améliorent l'endurance des pièces. Le tableau I.3 dû à Jacquot [49] met bien en évidence l'augmentation de la limite de fatigue de deux fontes GS suivant la nature du traitement.

Tableau I.3 : Valeur du gain en pourcentage apporté à la limite de fatigue de fonte GS étudiées pour divers traitements de durcissement superficiels [49]

Nuance des Fontes GS	Traitements superficiels	Traitements superficiels	Eprouvettes	
			Lisses	entaillée
700/2	Thermochimique	Sursulf	72 %	-
	Thermochimique	Nitruration gazeuse	68 9%	190 %
	Thermique	Chauffage induction + trempe superficielle	120 %	240 %
	Mécanique	Galetage	-	230 %
900/2	Thermochimique	Sursulf	-	67 %
	Thermochimique	Nitruration gazeuse	26 %	106 %
	Thermique	Chauffage induction + trempe superficielle	43%	120 %
	Mécanique	Galetage	-	160 %

L'action de durcissement superficiel ne peut cependant être dissociée de celles des contraintes résiduelles, en effet, dans la majorité des cas, il est admis que les contraintes résiduelles de compression au voisinage de la surface des pièces conduisent à un état de contrainte favorisant la tenue en fatigue [50]. En effet, si l'on considère que le champ de contraintes résiduelles ( $\sigma_r$ ) se superpose directement au champ de contraintes appliquées ( $\sigma_a$ ), le champ de contraintes résultant ( $\sigma_s$ ) se trouve alors plus faible au voisinage de la surface où l'amorçage des fissures est le plus fréquent en particulier dans le cas de sollicitations de flexion où la contrainte appliquée est maximum en surface. La représentation schématique de ce processus est montrée sur la figure I.14.

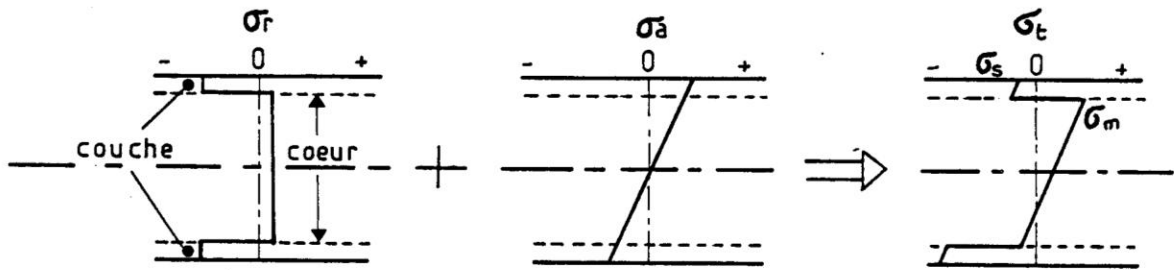


Figure I.14 : Représentation schématique de la superposition des contraintes résiduelles et des contraintes appliquées (cas de la flexion)[44].

A la répartition des contraintes résiduelles, Mittemeijer [44] associe une distribution de la limite de fatigue à travers la pièce. La limite de fatigue est ensuite déduite du point de tangence entre cette distribution simplifiée de la limite de fatigue et la droite représentative du champ de contrainte appliquée. L'augmentation de la limite de fatigue observée lors d'un durcissement superficiel des pièces non entaillées est ainsi expliquée par cet auteur (Figure I.15).

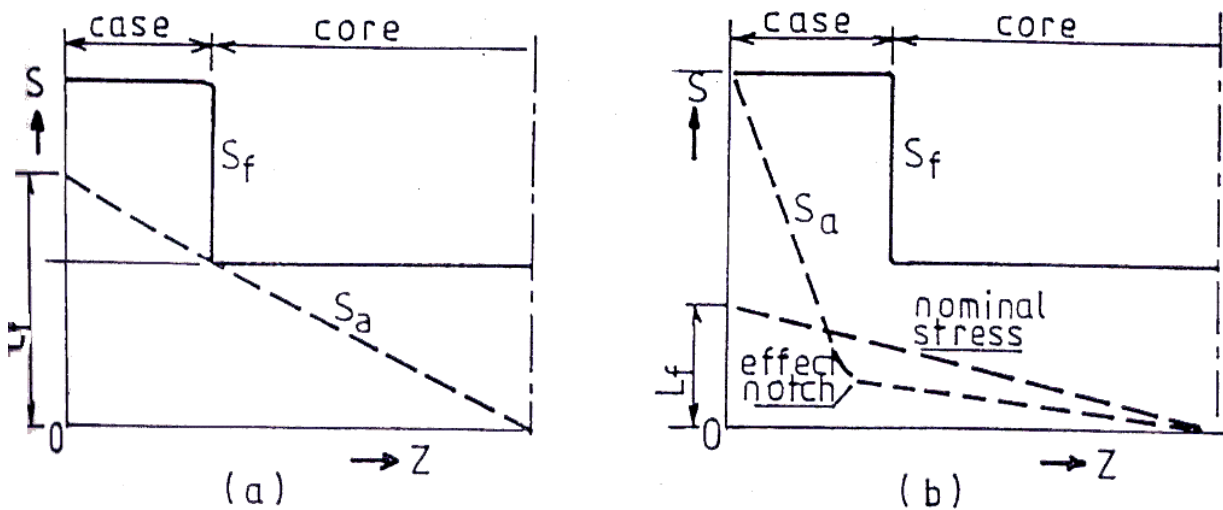


Figure I.15 : Représentation schématique de la distribution de limite de fatigue ( $\sigma_s$ ) associée aux contraintes résiduelles et de la contrainte appliquée ( $\sigma_a$ ); détermination de la limite de fatigue  $L_f$  (d'après [44])

a) pour une éprouvette non entaillée, b) pour une éprouvette entaillée.

De manière générale, au gradient de dureté à travers la couche d'un matériau durci superficiellement correspond à un gradient de propriétés mécaniques. En particulier, la limite de fatigue varie avec la dureté [51]. De cette constatation Champin



et al [45] tirent un modèle permettant de prévoir la limite de fatigue d'un acier cémenté. Ce modèle repose sur deux hypothèses

- la résistance à la fatigue est proportionnelle à la résistance à la rupture (généralement 1 / 2 pour les aciers traités thermiquement),
- la résistance à la rupture est proportionnelle à la dureté.

C'est à dire qu'à un profil de dureté correspond un profil similaire de résistance en fatigue à travers la pièce. De manière analogue à celle de Mittemeijer, Champin déduit d'un tel profil un point de tangence avec la droite correspondant à la contrainte (Figure I.16).

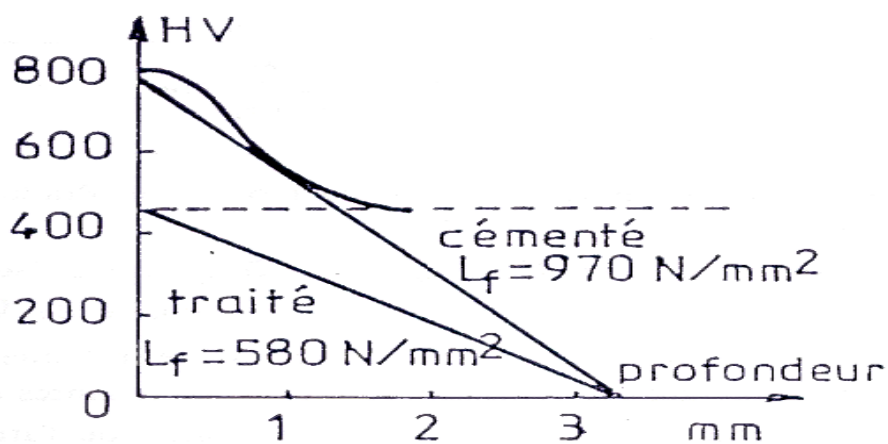


Figure I.16 Limite de fatigue déduite du profil de microdureté [46]

Comme Mittemeijer, Champin trouve ce point sous la surface pour des pièces non entaillées en accord avec ses observations.

Pour prendre en compte l'austénite retenue généralement présente près de la surface d'éprouvettes carbonitrurées, Prado et Argues [52] présentent un modèle où l'influence de l'austénite résiduelle est liée aux contraintes résiduelles, réalisant ainsi une amorce de synthèse entre les modèles précédents.

Ce modèle prend pour point de départ la schématisation des contraintes présentées par la figure I.14. De l'équilibre du champ de contraintes résiduelles ( $\sigma_r$ ) superposé au champ de contraintes appliquées ( $\sigma_a$ ) il est déduit la contrainte en surface ( $\sigma_s$ ) et sous la couche ( $\sigma_m$ ) (Figure I.17).

Les relations entre  $\sigma_s$  et  $\sigma_a$ ,  $\sigma_m$  et  $\sigma_r$  sont présentées sur la figure I.17. Pour une teneur en éléments interstitiels donnée, l'intensité de  $\sigma_r$  est d'autant plus grande que la fraction volumique d'austénite résiduelle retenue est faible. Ainsi, le point de concours entre les droites représentatives des contraintes en surface ( $\sigma_s$ ) et sous la couche  $\sigma_m$  correspond à un maximum pour la limite de fatigue et à un optimum pour la fraction volumique d'austénite retenue. Le modèle indique que les sites d'amorçage de fissures devraient apparaître sous la surface quand la valeur de  $\sigma_r$  correspond à la zone I où  $\sigma_m > \sigma_s$ , et à la surface quand la valeur de ( $\sigma_r$  correspond à la zone II où  $\sigma_s > \sigma_m$ . Dans la zone II, la transformation de l'austénite en martensite pendant la sollicitation de fatigue conduit à un état de contrainte plus favorable en surface car  $\sigma_r$  tend à décroître. Dans la zone I, la transformation de l'austénite conduit à une augmentation de  $\sigma_r$  et à une diminution corrélative de  $\sigma_m$ , la conséquence est une diminution de la durée de vie et un amorçage en sous couche. Il a également été observé par Gourmand [53] que des épaisseurs de traitement faibles entraînaient des amorces de rupture en sous couche.

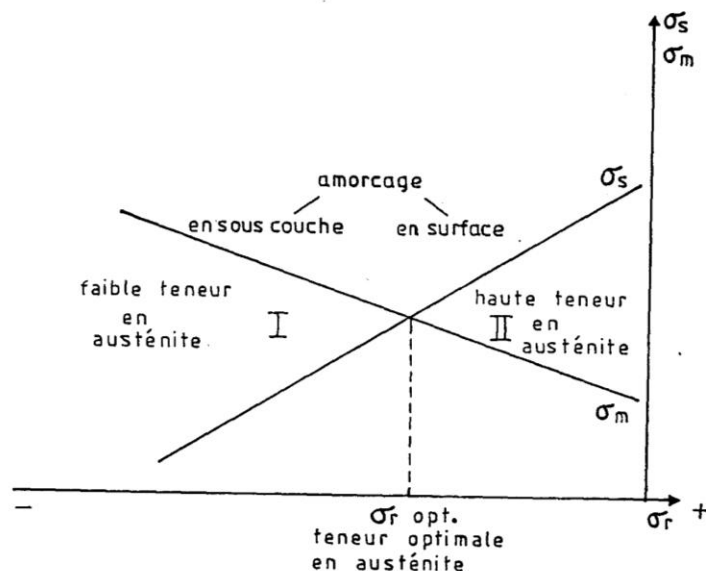


Figure I.17 : Représentation schématique du modèle de Prado et Argues [52].

Tous les modèles présentés conduisent à des conclusions analogues sur le comportement général des échantillons entaillés ou non. Cependant, la microstructure de la couche cémentée peut être relativement complexe lorsqu'une quantité importante

d'austénite et/ou de bainite est présente. De plus, suivant le traitement thermique et/ou les variations dans la teneur en éléments interstitiels, des différences importantes sont apportées à la microstructure en particulier pour la quantité d'austénite retenue et la morphologie de la martensite.

Suivant le procédé de durcissement superficiel et le niveau de contrainte appliqué, on peut constater une évolution des contraintes résiduelles au cours de la sollicitation, c'est le cas par exemple pour un acier nitrocarburé testé en flexion à +/- 530 MPa où la contrainte résiduelle en surface passe de -120 à + 20 MPa après  $6 \cdot 10^4$  (Bell [54]). Pour un acier recuit sollicité en flexion alternée, Kodama [55] montre que les contraintes résiduelles introduites par grenailage diminuent linéairement avec le logarithme du nombre de cycles.

Cependant, Starker [56] n'observe pas d'évolution pour un acier grenailé trempé (800 HV), mais une évolution pour le même acier trempé revenu (600 HV). De manière générale la relaxation des contraintes résiduelles est d'autant plus importante que les caractéristiques mécaniques sont faibles.

#### **I.4.7. Effet d'un revenu.**

Dans le cas des traitements thermochimiques de surface, le revenu modifie peu la limite de fatigue, on constate cependant un effet légèrement favorable pour la cémentation. Ce fait est à rapprocher à l'effet d'un revenu sur la ténacité des couches enrichies cémentées [57]. La ténacité diminue car il y a précipitation de carbures sous forme de plaquettes. Aux joints de grains, il y a ségrégation d'impuretés et/ou coségrégation avec les éléments d'alliage. L'effet du revenu se porte également sur la structure martensitique, par précipitation de cémentite, la martensite voit sa teneur en carbone diminuer, or la martensite aciculaire (plaquettes) avec une forte teneur en carbone se rompt de manière inter granulaire alors que la martensite en blocs (lattes) à faible teneur en carbone est de nature plus ductile.

## I.B- NITRURATION

### I.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 où l'azote peut diffuser de la surface vers le coeur de la pièce. Les procédés les plus couramment utilisés sont la nitruration en bain de sel, la nitruration gazeuse, 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.1.1 La nitruration en bain de sel :

Aux températures de nitruration entre 500 - 580 °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  $\epsilon$ ) épaisses, mais souvent la couche de diffusion est faible et la température élevée ne permet pas d'obtenir des valeurs de contraintes importantes [58]. Le principal problème pour cette technique est le traitement des déchets et des effluents.

#### I.1.2. La nitruration gazeuse

Ce type de nitruration se déroule généralement dans un four de type cloche ou puits équipé d'un système de convection forcée de l'atmosphère. Le principe de base est d'amener du gaz ammoniac dans un four doté d'un système de brassage de l'atmosphère et d'une régulation de température. Ce traitement de nitruration peut être

considéré d'une façon globale comme un transfert des atomes d'azote du gaz ammoniac dans le matériau. Cette réaction peut s'écrire de la façon suivante :



Pour des températures voisines de 600 °C, un traitement de 10 heures avec de l'azote permet d'obtenir des couches de combinaison d'épaisseur pouvant atteindre les 20 microns et pour certaines conditions la couche de diffusion peut dépasser les 150 microns [59].

### I.1.3. La nitruration ionique

Dans une enceinte contenant un mélange gazeux à base d'azote sous une pression de 10 à  $1 \times 10^3$  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 luminescente 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 est l'impossibilité de dissocier la création du plasma de l'échantillon. En effet, 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 [60].

#### 1.1.4. Nitruration au potentiel flottant assistée par plasma

La nitruration dans le réacteur URANOS (Unité de Réaction Assistée par plasma pour la Nitruration et l'Oxydation des Surfaces) est différente de la nitruration ionique, la principale différence est le mode de création du plasma. Dans notre cas le plasma est déporté, c'est à dire qu'il est dissocié des échantillons. Il est créé par l'intermédiaire d'un champ radio fréquence (13,56 MHz). Une onde électromagnétique se propage à l'intérieur du tube de quartz et ionise le gaz présent dans l'enceinte, le plasma diffuse ensuite dans le tube de quartz et enveloppe les échantillons. On a donc aucune polarisation sur l'échantillon, on dit qu'il est alors au potentiel flottant. Aucun courant ne pouvant parcourir l'échantillon, son potentiel se met à l'équilibre par rapport au potentiel plasma (VP) de façon à repousser le flux des électrons. Le potentiel flottant (VF) est tel que,  $VP - VF \approx 5 \text{ kTe}$ ; il attire donc les ions positifs en leur communiquant une énergie d'environ de 15 eV (pour  $kTe \approx 3 \text{ eV}$ ). Cette énergie est bien inférieure au seuil de pulvérisation de la plupart des matériaux. Aucune pulvérisation de la surface ne peut donc se produire pendant le traitement. Les espèces actives du plasma neutre (molécules, radicaux) et excités (ions) réagissent avec la surface et diffusent en profondeur dans le matériau sous l'effet de la température. Les traitements dans ce réacteur se déroulent entre 0,1 et 10 Pa, on parle de nitruration basse pression. Outre la composition initiale de l'acier, les paramètres de nitruration comme la nature et la composition du gaz réactif, la température et la durée du traitement influent sur la morphologie et sur l'étendue des couches nitrurées.

## I.2. 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 I.18) représente les domaines d'existence des phases métallurgiques selon la teneur en azote et la température.

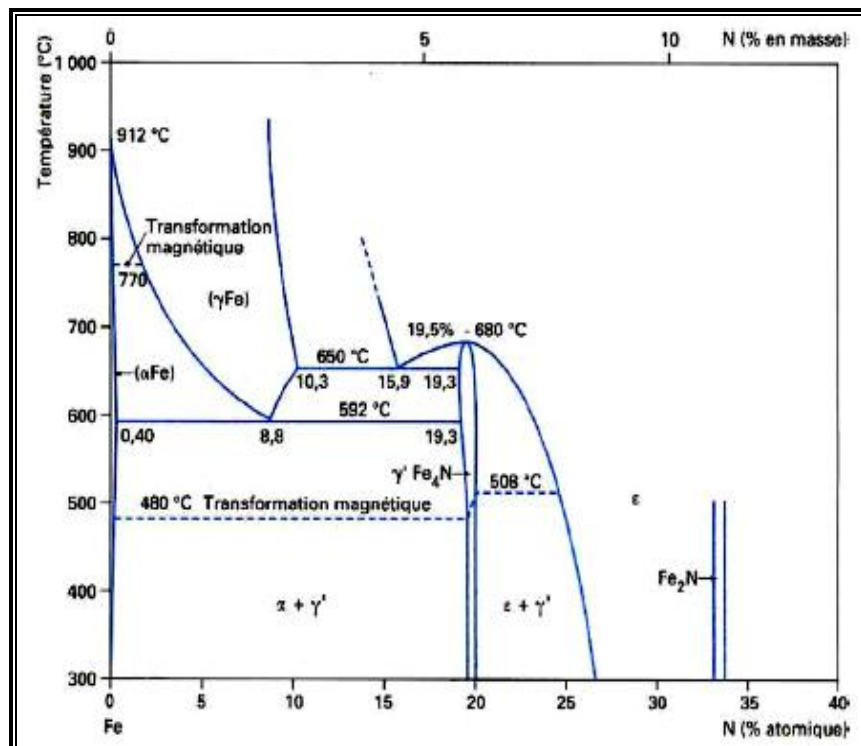


Figure I.18 : Diagramme d'équilibre fer-azote [61]

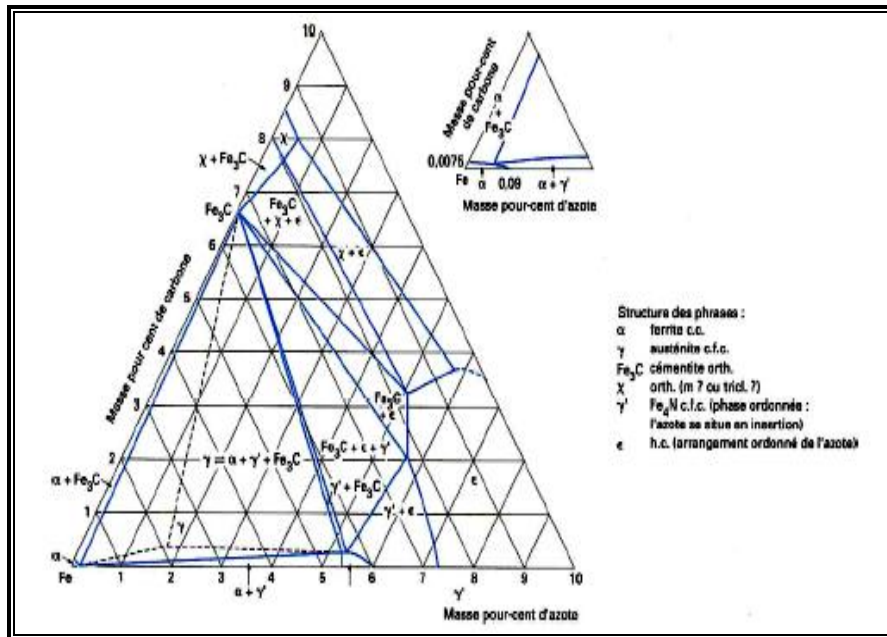


Figure I.19 : Diagramme ternaire Fer- Azote- Carbone à 570°C [61]

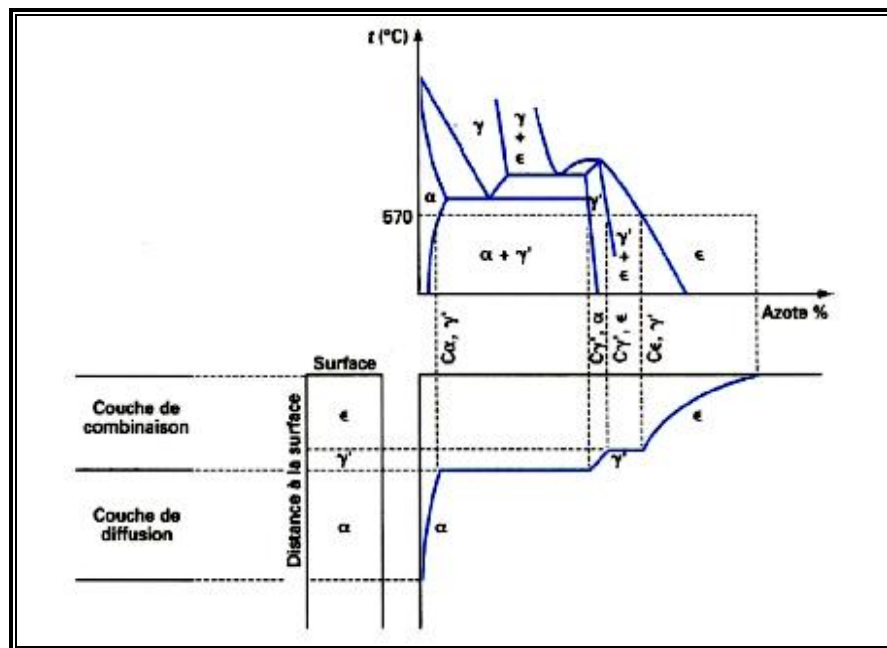


Figure I.20 : Relation entre le diagramme d'équilibre Fe-N et la courbe concentration pénétration. [63]

Les caractéristiques cristallographiques des 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 (< 0,1 % en masse). Dès que cette limite a été dépassée, il y a formation de nitrures de fer  $\gamma$  ou  $\epsilon$  . Pour la nitruration des aciers il faut prendre en compte le diagramme ternaire fer-azote-carbone. Ceci permet



de dire que l'azote est très peu soluble dans les carbures de fer, ainsi que dans le nitrure stable  $\text{Fe}_4\text{N}$   $\gamma'$  (< 0,2 % m) comparée à celle de la phase instable  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$ ) qui est de 3,7 % massique à 560 °C.

Cependant, dans les aciers on ajoute des éléments d'alliages pour améliorer certaines propriétés et notamment l'aptitude à la trempe. Dans ce cas la présence d'éléments d'addition vient fortement perturber les domaines d'existence des phases déjà répertoriées et provoque également l'apparition de nouvelles phases. Les éléments d'addition les plus couramment rencontrés sont le chrome, le vanadium, le molybdène, le titane, le manganèse qui sont tous capables de former des carbures, des nitrures, des carbonitrures. Dans les aciers dits de nitruration, les éléments d'addition sont destinés à favoriser la germination et la croissance de précipités de nitrure qui augmentent la dureté du matériau.

Tableau I.4 : caractéristiques cristallographiques des phases du système Fer-azote [62]

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

### I.2.1. 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  $\text{Fe}_4\text{N}$  ou  $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$ . L'épaisseur de cette couche située en extrême surface peut varier

de 0 à 50  $\mu\text{m}$ . Elle porte également aussi le non 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 important selon les éléments d'alliages.

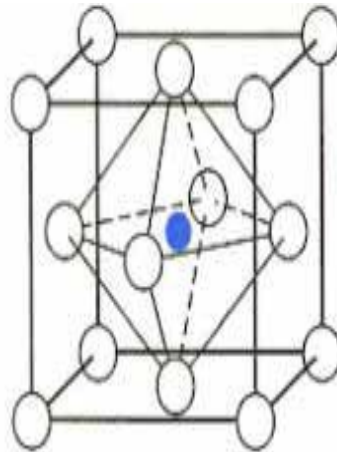
- et le coeur du matériau qui n'est pas modifié que par le traitement thermique subi durant la nitruration.

### I.2.2. Couches de combinaison :

Les phases majoritaires sont les structures de fer  $\text{Fe}_4\text{N} - \gamma'$  et  $\text{Fe}_{2-3}\text{N} - \epsilon$

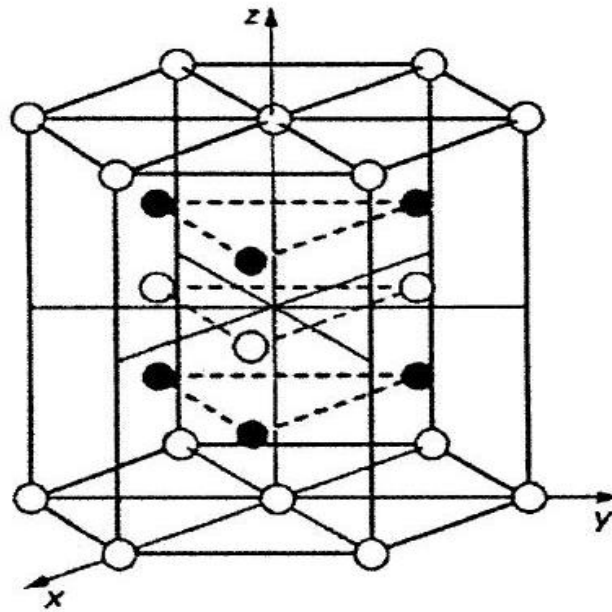
#### I.2.2.1. Le nitrure $\text{Fe}_4\text{N}$

Ce nitrure possède une symétrie cubique (Figure I.21), il n'est stable qu'en dessous de 680 °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.

Figure I.21 : Structure du nitrure  $\gamma'$  Fe<sub>4</sub>N [63]

### I.2.2.2. Le nitrure Fe<sub>2-3</sub>N

Ce nitrure possède une maille élémentaire de symétrie hexagonale (Figure I.22), 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 carbonitrure  $\epsilon$  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  $\epsilon$  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  $\gamma'$ . Elle permet entre autre d'améliorer la résistance à l'usure en évitant certains problèmes d'adhésion.

Figure I.22 : Structure du nitrure  $\epsilon$   $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$  [63]

### I.2.3. Couche de diffusion

Sous la couche de combinaison, les atomes d'azote provenant du composé diffusent vers le coeur du matériau ainsi que le prévoient les lois de Fick. La diffusion dans la ferrite peut être décrite par une loi donnant la densité de flux  $J_D$ . Dans le cas où la diffusion est uniaxiale on a :

$$J_D = -D \frac{\partial c}{\partial z} \quad \dots \text{I.14}$$

$D$  est le coefficient de diffusion macroscopique exprimé en  $\text{cm}^2/\text{s}$ . Cette relation n'est valable que pour des faibles concentrations d'azote. Ce coefficient de diffusion macroscopique  $D$  varie, en première approximation, avec la température suivant une loi de type Arrhenius :

$$D = D_0 \exp \frac{-\Delta H_d}{RT} \quad \dots \text{I.15}$$

$\Delta H_d$  est l'enthalpie de diffusion en joule,  $R$  la constante des gaz parfaits,  $T$  la température en kelvin (K).  $D_0$  est constant en première approximation. Les lois de conservation de la matière permettent d'écrire la seconde loi de Fick dans le cas uniaxial

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left( D \frac{\partial c}{\partial z} \right) \quad \dots \text{I.16}$$

La résolution de cette équation, si on suppose  $D$  indépendant de  $c$ , pour les conditions initiales et aux limites suivantes :  $t = 0$ ,  $c(z,0) = 0$ ,  $c(\infty,t) = 0$  et  $c(0, t) = c_0 \forall t$ , donne l'expression suivante dans le cas d'un milieu semi-infini avec une concentration de surface constante :

$$c(x, t) = c_0 \operatorname{erfc} \left( \frac{z}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad \dots \text{I.17}$$

La fonction  $\operatorname{erfc}$  est la fonction erreur complémentaire,  $c_0$  la limite de solubilité de l'azote dans le fer  $\alpha$ ,  $D$  ne dépend pas de la concentration en azote. L'équation (I.17) est bien évidemment insuffisante pour décrire convenablement la courbe réelle de concentration d'azote. En effet, deux phénomènes sont à l'origine des insuffisances de ce

modèle simple : la concentration de surface n'est pas forcément à l'équilibre; ou bien le flux de transport de l'azote à la surface est limitatif. Localement, un phénomène de piégeage de l'azote sur les précipités limite le transport en volume. D'après l'équation (I.17), on constate que la profondeur efficace de nitruration suit une loi en  $\sqrt{t}$  pour une température donnée, c'est ce qui est souvent observée.

#### I.2.4. Diffusion dans les aciers et formation de précipités

Lors de la nitruration, les atomes d'azotes interstitiels ont une vitesse de diffusion plus importante que celle des atomes des éléments d'addition qui sont en substitution dans le réseau cristallin. Les lois de diffusion classiques ne suffisent pas pour décrire l'évolution de la répartition de l'azote dans la couche nitrurée. Nous avons vu que la diffusion est associée à un enrichissement local de la matrice en azote, par conséquent, il y a formation et croissance de précipités soit avec le fer soit avec les éléments d'alliages. Localement, nous sommes en présence de "puits de matière". Schématiquement une partie de l'azote sert à la précipitation du nitruire alors que l'autre partie diffuse vers le coeur de la pièce. Un autre phénomène se produit en même temps : la création de déformations locales. Lorsque ces déformations sont plastiques, la densité de dislocations augmente en créant autant de courts-circuits de diffusion, il faut alors

modifier le coefficient de diffusion. Les joints de grains constituent naturellement des singularités dans la diffusion de l'azote, en effet, des nitrures peuvent précipiter dans ces joints.

#### I.2.4.1. Précipitation

Les nitrures se forment à partir de l'azote en solution solide en insertion et aussi à partir des éléments d'alliage en solution solide de substitution lorsque la limite de solubilité de l'azote dans la ferrite est atteinte. Il est possible de déterminer thermodynamiquement, en fonction de leur teneur en azote et des différentes enthalpies libres de formation  $\Delta G_0$  des nitrures, la nature des précipités formés. L'enthalpie de formation est reliée à l'enthalpie libre par la relation :

$$\Delta G_0 = \Delta H - T\Delta S \quad \dots \text{I.15}$$

$\Delta S$  est l'entropie de formation. Le tableau 1.2 donne les enthalpies de formation, la structure cristallographique et les précipités cristallins des différents précipités rencontrés. Ces enthalpies sont généralement plus faibles que celles de la formation des carbures. Ces valeurs peuvent expliquer que lors du traitement de nitruration, ces carbures qui contiennent des éléments nitrogènes comme le chrome ou le vanadium, vont avoir tendance à se dissoudre pour former des nitrures plus stables thermodynamiquement. Les nitrures formés peuvent être de différents types : ils peuvent avoir un caractère incohérent s'ils se forment à partir des carbures présents dans la ferrite ou aux joints de grains et aussi à partir des éléments d'alliages en substitution. Ils peuvent également être sous forme cohérents ou semi-cohérents s'ils se forment à partir d'éléments d'addition présents en solution solide dans la ferrite.

Tableau I.5 : Données thermodynamiques et cristallines de quelques nitrures [64]

Nitrure	% massique d'azote	Structure cristalline	Enthalpie de formation (kJ/mol)	Paramètre cristallin (nm)
Fe <sub>2</sub> N	11,2	W <sub>2</sub> C	-3,76	-
Fe <sub>4</sub> N	5,9	Fe <sub>4</sub> C	-10,9	0,379
Cr <sub>2</sub> N	11,8	NV <sub>2</sub>	-114	a = 0,4796 c = 0,4470
CrN	21,2	NaCl	-118	0,4149
MoN	6,8	CFC	-69,4	0,4160
Mo <sub>2</sub> N	12,7	H	-	-
Mn <sub>4</sub> N	-	Fe <sub>4</sub> C	-127	0,3865
Mn <sub>3</sub> N <sub>2</sub>	-	-	-191	a = 0,4194 c = 0,4031
VN	21,6	NaCl	-251	0,4169
AlN	34,1	ZnS	-320	a = 0,3104 c = 0,4965
TiN	22,6	NaCl	-336	0,4237
Ti <sub>2</sub> N	11,4	TiN	-	a = 0,414 c = 0,8805
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	39,9	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	-748	a = 0,7748 c = 0,5617

#### I.2.4.2. Nitrures cohérents

Ces nitrures possèdent tous la même structure cristallographique (CFC) et ils précipitent tous dans la ferrite de la même façon. Ils possèdent un paramètre de maille de l'ordre de 0,4 nm et lors du traitement de nitruration, ils précipitent en cohérence avec la ferrite suivant les relations d'orientations cristallographiques de Baker - Nutting [65]:

$$\begin{aligned} & \text{Fe}_\alpha (001) // \text{Mn} (001) \\ & \text{Fe}_\alpha [001] // \text{Mn} [001] \end{aligned}$$

Dans un cristal cubique, l'existence des familles de plans équivalents de type  $\{100\}$  va induire une précipitation de ces nitrures suivant trois directions normales entre elles. Pour minimiser leurs énergies totales, les précipités vont former des disques avec un diamètre de l'ordre d'une dizaine de nanomètres et une épaisseur de quelques nanomètres. Un modèle a été proposé par Jack [66], pendant la nitruration une précipitation homogène intervient par la formation continue d'amas d'atomes en

solution d'insertion ou de substitution. (Figure I.23). La première étape de la formation des zones de Guinier-Preston se traduit par une répartition locale en forme de disques des atomes en solution. Par la suite, les phénomènes de croissance transforment ces amas en un véritable précipité avec la composition stœchiométrique attendue et qui sont en général incohérents. Ces précipités vont suivant la température et le temps de traitement coalescer

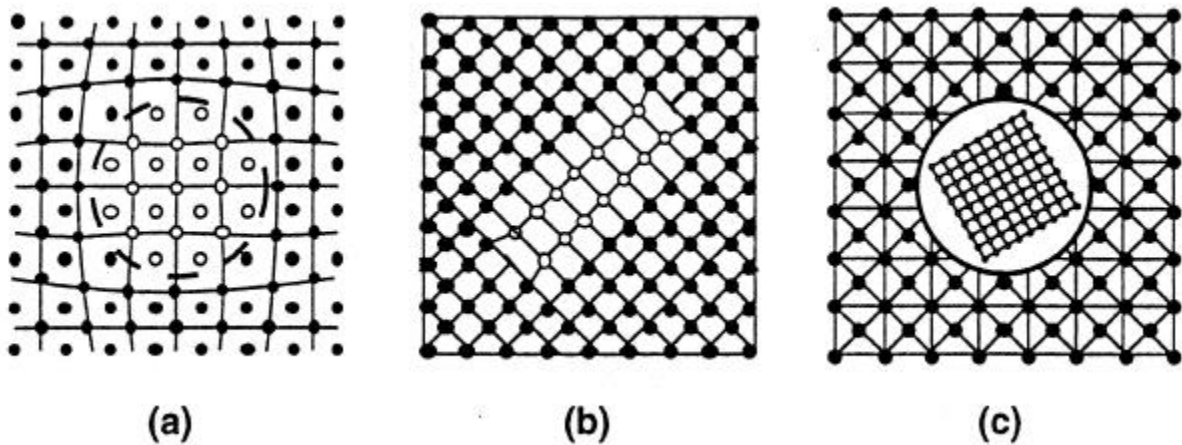


Figure I.23 : (a) Précipité cohérent induisant des contraintes de cohérence dans la matrice [67]  
(b) Précipité partiellement cohérent présentant des dislocations d'accommodation.  
(c) Précipité incohérent



### I.3. Comportement mécanique des aciers nitrurés

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

#### I.3.1. Dureté

La dureté d'un matériau est une propriété mécanique représentant la résistance à la pénétration d'un indenteur dont la forme dépend du procédé d'indentation choisi. Pendant l'essai de dureté il se forme une empreinte d'indentation entourée d'une zone déformée plastiquement. Plus la dureté est élevée, plus l'empreinte et la zone déformée sont réduites. La déformation plastique est le résultat de microdéformations intervenantes à l'échelle de la maille cristalline à partir des défauts microstructuraux comme les précipités, les atomes en insertion ou en substitution et les dislocations. L'obtention de ce profil de microdureté permet de déterminer la profondeur de nitruration. Ce paramètre est défini comme étant la profondeur correspondant à une valeur de dureté de 100 points Vickers supérieure à celle du coeur. De cette façon, différents traitements peuvent être comparés entre eux. La microdureté étant fortement dépendante de la microstructure de la couche nitrurée et surtout de la nature des précipités qui sont formés, les éléments d'addition présents dans l'acier ainsi que les paramètres de traitements vont donc avoir une influence sur les profils obtenus après traitements. Trois types d'interaction se produisent entre les éléments d'addition et l'azote et conduisent à trois formes caractéristiques de profils de microdureté comme le montre la figure I.24. Les conditions de traitement jouent aussi un rôle non négligeable sur l'établissement du profil de microdureté en particulier, la température de traitement. Nous avons vu que les microdéformations interviennent dans les profils de microdureté, la DRX permet d'étudier le réseau cristallin des matériaux.

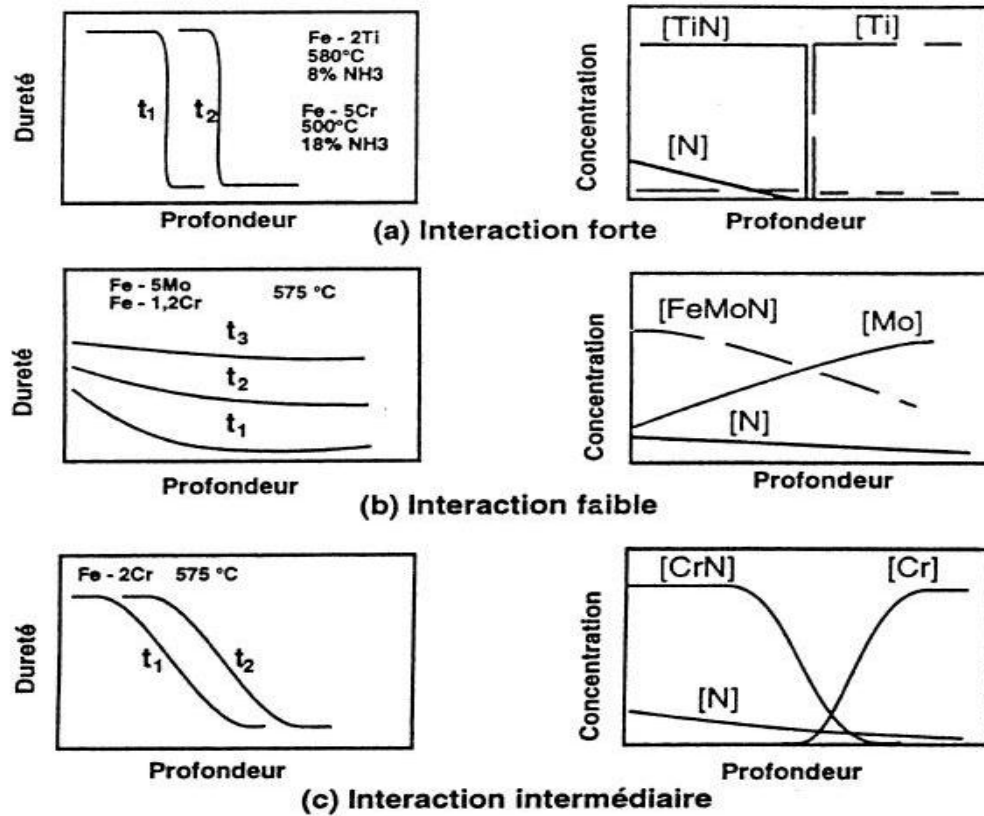


Figure I.24 : Influence de la nature des éléments d'addition sur les profils de microdureté [68]

### I.3.2. Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont des contraintes multiaxiales statiques, en équilibre mécanique, qui persistent dans une pièce après qu'une sollicitation mécanique ou thermique lui ait été appliquée. La diffractométrie X permet, en utilisant des distances inter-réticulaires des phases comme jauges de déformation, de mesurer ces contraintes résiduelles. Les composantes du tenseur de contraintes sont déduites de ces déformations par une relation simple appelée loi des  $\sin^2\psi$ .

#### I.3.2.1. Contraintes résiduelles dans le cas d'une couche nitrurée

La mise sous contrainte d'une couche nitrurée peut être schématisée comme le montre la figure I.25 :

Stade 1 : état initial du matériau en proche surface

Stade 2 : déformation de la couche superficielle due à l'insertion d'azote (augmentation du volume)

Stade 3 : la sous-couche du matériau ne se déforme pas ou peu et impose les déformations à la couche superficielle à cause de sa massivité

Stade 4 : l'incompatibilité des déformations engendre le champ de contraintes dans la couche nitrurée; l'équilibre mécanique de la pièce donne la répartition finale des contraintes.

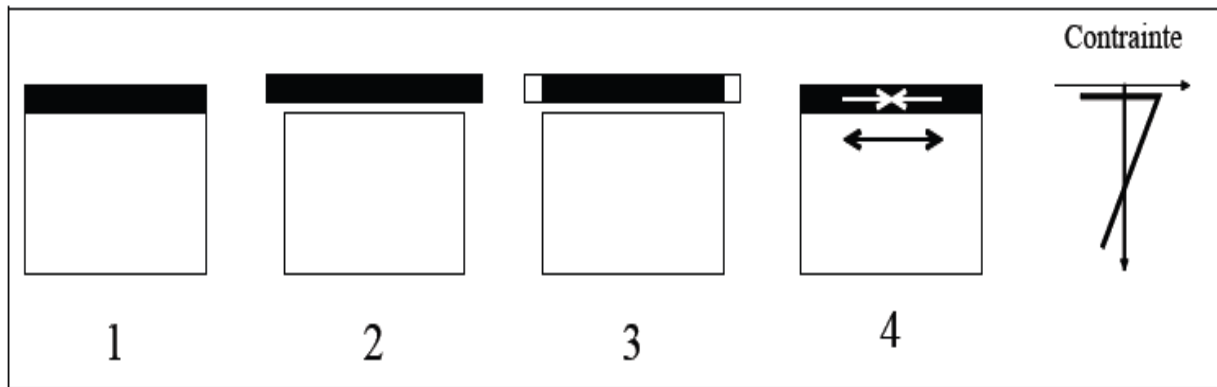


Figure I.25 : Schématisation de la génération des contraintes résiduelles d'un échantillon nitruré [69]

L'établissement du profil de contrainte se fait donc sur toute l'épaisseur de la couche de diffusion dans tout le domaine où se déroule la précipitation. Dans le cas particulier du traitement de nitruration, Barrallier [70] a montré que l'apparition des contraintes de compression dans la couche de diffusion était due à la précipitation des nitrures d'éléments d'alliage pendant le traitement. Les précipités ainsi formés (principalement des nitrures de chromes) ayant un volume massique plus faible que celui de la matrice ferritique vont provoquer un gonflement de celle-ci qui va alors induire le champ de contraintes observé. Cette étude a également permis de mettre en évidence que les contraintes apparaissaient durant le traitement et qu'elles variaient très peu pendant le refroidissement.

Compte tenu de la symétrie axiale du traitement de nitruration, le champ de contrainte est asymétrique et les contraintes de cisaillement associées aux contraintes normales sont négligeables.

### I.3.3. Comportement en fatigue

L'endommagement par fatigue est l'une des principales causes de la rupture des pièces mécaniques sous l'action de contraintes cycliques induites par des sollicitations extérieures, bien que ces contraintes soient inférieures à la limite élastique des matériaux employés. Il existe néanmoins une limite, appelée limite d'endurance en fatigue, en dessous de laquelle les contraintes cycliques ne conduisent pas à la rupture.

Lorsque ces contraintes sont supérieures à cette limite, la rupture par fatigue du matériau intervient par amorçage et propagation d'une fissure. L'amorçage de la fissure conduisant à la rupture résulte de différentes causes suivant la nature du matériau. Pour un matériau nitruré, l'étude des mécanismes d'endommagement par fatigue est rendue délicate du fait du comportement global du matériau qui s'apparente à un matériau fragile hétérogène bien que le coeur soit ductile. Pour les matériaux homogènes, les microfissures en surface prennent généralement naissance dans des irrégularités géométriques produites par des glissements successifs de certains plans cristallographiques. Pour les matériaux nitrurés, la création de microfissures en surface est plus difficile car le glissement cyclique ne peut s'effectuer librement du fait du durcissement et du champ de contraintes résiduelles de compression dans la zone superficielle. Par conséquent, les contraintes cycliques nécessaires à l'amorçage des microfissures sont plus élevées pour la couche nitrurée que pour le matériau de base où l'azote n'a pas diffusé. Cependant, la limite d'endurance en fatigue d'un échantillon durci superficiellement n'est pas toujours supérieure à celle d'un même échantillon non traité. L'amélioration de la résistance à la fatigue apportée par le traitement de durcissement dépend en effet du type de sollicitation auquel est soumis l'échantillon. En traction compression, par exemple il y a peu ou pas d'amélioration.

### **I.3.3.1. Sollicitations en traction**

Les traitements de durcissements superficiels ne sont pas utilisés pour améliorer les propriétés de résistance à la traction. Néanmoins, en situation, une pièce peut subir des efforts de traction. Le matériau de base destiné à la nitruration possède généralement une limite élastique relativement faible et son comportement à la rupture est de type ductile. Un matériau nitruré peut être considéré comme un multimatériau, résultat de l'association d'une couche superficielle fragile reposant sur un coeur ductile. Dans le cas général, l'épaisseur nitrurée est faible comparé aux dimensions des pièces. Dans ces conditions, le traitement influe peu sur la contrainte de rupture et sur la limite élastique; par contre la ductilité peut être fortement réduite. Selon Mittemeijer [71] la différence de déformation entre le coeur et la couche durcie est responsable d'un système de contraintes transversales.

A partir d'une valeur critique, ces contraintes produisent des fissures dans la couche durcie entraînant la ruine du matériau.

**I.3.3.2. Sollicitations en flexion rotative**

Pour des sollicitations en flexion rotative, la nitruration généralement accroît la limite d'endurance. Cet accroissement est dû à la présence de contraintes résiduelles de compression dans la zone superficielle des pièces, qui en se superposant à la contrainte appliquée, décalent le maximum vers le coeur du matériau. (Figure I.24). C'est pourquoi l'amorçage des fissures se produit généralement en dessous de la surface à partir de sites de concentration de contraintes comme les inclusions. De la Cruz [72] met en évidence cinq étapes pour la fissuration par fatigue d'un échantillon nitruré :

- 1- amorçage de la fissure à partir d'une inclusion située sous la couche nitrurée,
- 2- propagation lente de la fissure qui s'arrête de propager vers la surface du fait de la diminution du facteur d'intensité de contraintes due aux contraintes résiduelles,
- 3- propagation de la fissure vers le matériau à vitesse croissante,
- 4- rupture de la couche nitrurée lorsque le facteur d'intensité de contrainte est suffisamment élevé,
- 5- rupture finale du matériau caractérisée par un faciès de rupture de cupules dans le coeur.

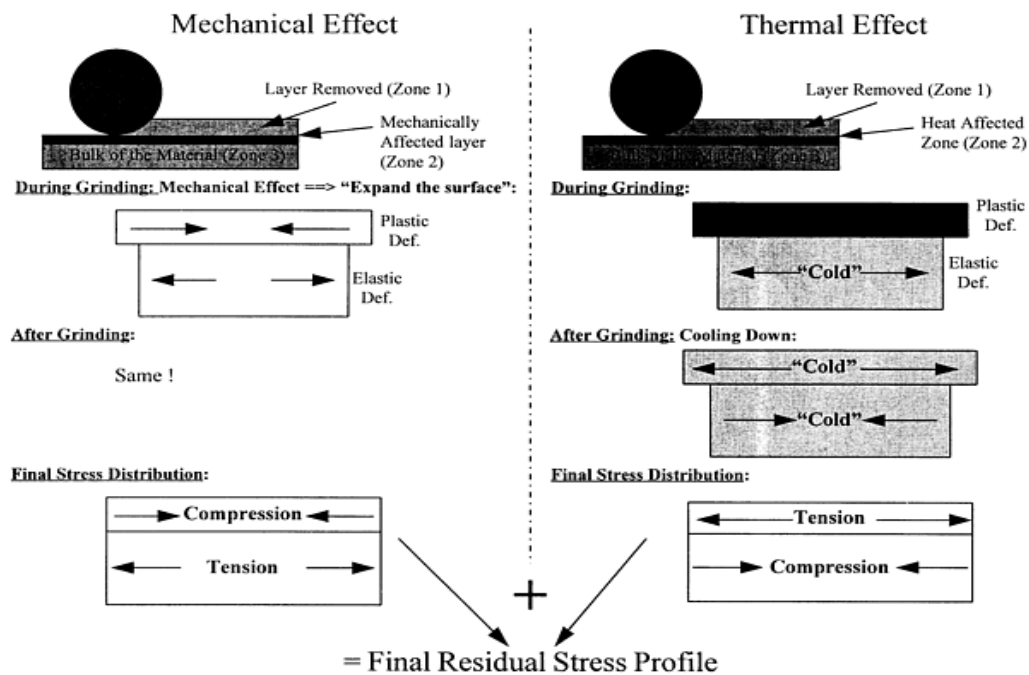


Figure I.26 : Représentation schématique de la superposition des contraintes résiduelles et des contraintes appliquées [73].

Un modèle développé par Sun [74] permet de trouver la limite d'endurance en fatigue du matériau nitruré avec la relation suivante :

$$\sigma_{\text{lim}} = \frac{D}{D-2\delta} \sigma_h \quad \dots \text{I.16}$$

$\sigma_{\text{lim}}$  est la limite d'endurance en fatigue du matériau nitruré

D est le diamètre de l'échantillon

$\delta$  est l'épaisseur de la couche durcie

$\sigma_h$  est la contrainte appliquée à l'interface coeur / couche nitrurée lorsque la contrainte en surface est égale à la limite d'endurance en fatigue du matériau nitrurée.

Cette relation est vérifiée par [75], pour un acier AISI 4140 nitrurée ioniquement. On constate que plus la profondeur de nitruration est importante plus la limite d'endurance l'est aussi.

**BIBLIOGRAPHIQUE**

- [1] WYSZKOWSKI, PREIGNITZ (H.), GOZDZIK (E.), RATLIEWCS(A.)  
Influence de l'austénite résiduelle sur quelques propriétés de l'acier cémenté.  
Rev. Met., Yo1.68, n°6 juin 1971.
- [2] BEUMELBURG (W.), Comportement d'éprouvettes cémentées présentant divers états superficiels, des teneurs en carbone variables en surface lors d'essais de flexion rotative, flexion fatigue et résilience, *Traitement Thermique*, 98-75, 39-50.
- [3] PARRISH (G.), The influence of microstructure on the properties of case carburised components. *Heat Treatment of Metals*, 1976, 4.
- [4] RAZIM, Influence de l'austénite résiduelle sur la résistance mécanique d'éprouvettes cémentées soumises à des efforts alternés. *Rev. Met.*, février 1969.
- [5] MOUFLARD (M.), Utilisation des atmosphères contrôlées. *Traitement Thermique*, n°14, (1965), p23.
- [6] PARRISH (G.), HARPER (G.S.), *Production gas carburizing*. Oxford, Pergamon Press, (1985).
- [7] CHATTERJEE (R.), FISHER (A.), SCHAABER (O.), Quelques considérations sur la carbonituration en atmosphère gazeuse. *Traitement Thermique*, n°82, (1974), p41.
- [8] SALONEN (L.), SULONEN (M.), H.T.M. Octobre 1970, 25, n°3, p461. Traduction dans *Traitement Thermique* n°73,1973), p41.
- [9] PRUNEL (G), Oxydation interne lors de la cémentation d'engrenages. *Traitement Thermique*, n°197, (1985), p31.
- [10] BENCHETRIT (JP),, La cementation accélérée. *Traitement Thermique*, n°166, (1982), p39.
- [11] CHATTERJEE (R.), FISHER (A.), Internal oxydation during carburizing and heat treating. *Met Trans. A*, Vo19, (1978), p1553.
- [12] GUY (A.G.), HREN (J.J.), *elements of physical Metallurgy* 3° Ed. (1974), Addison Wesley series in Metallurgy and Materials, M. COHEN ed., p484.
- [13] GUNNARSON (S.), H.T.M., (1967), 22, n°4, p293.
- [14] GHIGLIONE (D.) , Modèles mathématiques de cémentation, *Traitement Thermique*, 195-85, 31-41.
- [15] FICK (A.), *Ann. Phys. Lpz*, (1985), vol 170, p59.
- [16] CRANK (J.), *The Mathematics of diffusion*. Oxford University Press, (1970).
- [17] KACZALA (P.), PEUGEOT (P.Y.), MEYNET (G.)  
Etude thermogravimétrique du comportement à la cémentation gazeuse d'aciers CD4, NC6, MC5. *Rev. de Met.*, (1970), p931.
- [18] SMITH (R.P.), *Acta. Met.*, (1953), vol 1, p578. Ibid [41].
- [19] WELLS (C.), BATZ (W.), MEHL (R.F.), *Trans A.I. M.E.*,vol 188, (1950), p553.
- [20] ASIMOV (R.M.), *Trans A.I.M.E.*, vol 230, (1964), p61 L
- [21] BRISSON(J.), BLONDEAU(R.), MAYNIER(P.), DOLLET(J.)  
Contribution à la connaissance de la dureté des différentes structures des aciers

- au carbone et moyennement alliés. Mem. Sci. Rev. Met., Fevrier 1975, 115-131.
- [22] CONVERT(F.), TOURNIER(C.), Maitrise de la microstructure en cémentation par la prévision du profil carbone en vue d'obtenir les propriétés d'emploi désirées. *Traitement Thermique*, 165-82, 27-44.
- [23] LEVEQUE (R.), Définition d'un traitement thermique en vue de l'amélioration de la tenue en fatigue. *Traitement Thermique*, III-88, 27-35.
- [24] POURPRIX (Y.), NAUDOT (J.), Cémentation sous pression réduite, *Traitement Thermique*, 197-85, 51-58.
- [25] TOURNIER(C.), FAURE (L.),CHANTEL (M.), PLUMEL (M.), RENAUD (M.) Spécifications pour la réception des engrenages cémentés ou carbonitrurés. *Traitement Thermique*, 212-87, 29-33.
- [26] COLLIN(R.), GUNNARSON(S.), THULIN(D.), Ein mathematisches model zur berechnung von aufkohlungs-profilen bei der gazaufkohlung, *Hdrtereit Techn. Mitt.*, 25, 1970, p1
- [27] ELLIS, Some thermodynamic properties of carbon in austenite *JISI Inst.*, 201, 1963), p582.
- [28] NEUMANN(F.), PERSON(B.), Beitrag zur metallurgie der gasaufkohlung, *Hdrtereit Techn. Mitt.*, 23, 1968, p4.
- [29] KOISTINEN (D.P.), MARBURGER (R.E.), general equation prescribing the extent of the austenite martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. *Acta. Met.* 7 (1959), 59-60.
- [30] STEVEN (W.), HAYNES (A.G.) *J. Iron Steel Inst.* Vol. 183 (1956), 349.
- [31] J HAYNES (A.G.), Interrelation of isothermal and continuous cooling heat treatments of low alloy steel and their practical significance. The Iron and Steel Institute. *Heat Treatment of Metals*, Special Report n°95 (1966), 13-23.
- [32] J PARRISH (G.), The influence of microstructure on the properties of case-carburized components. A.S.M.; Metals Park; Ohio. (1980).
- [33] MEYZAUD(Y.), SAUZAY(C.), Prevision des pourcentages d'austenite residuelles a l'aide des courbes de transformation en refroidissement continu des aciers. *Mom. Sci. Rev. Met.*, LXIX n°II , 1972.
- [34] *NESSIUS (A.)*  
Austenite rdsiduelle. *Traitement Thermique*, 44-69, 23-29.
- [35] HABRAKEN (L.), ECONOMOPOULOS (M.), Les microstructures bainitiques dans les aciers et les alliages de metaux non ferreux. Collection des publications de l'Universite de Liege - Faculte des Sciences Appliquees, n°8, 1968.
- [36] DUVAL (P.), MURRY (G.), L'Evaluation de la teneur en austenite residuelle par analyse dilatometrique. *Mom. Sci. Rev. Met.*, LXY n°6, 1968, 461-468.
- [37] CONSTANT (A.), HENRY (G.), Les principes de base du traitement thermique des aciers. *PYC Edition*, Paris, 1986.
- [38] WHEATLEY (J.M.), BAKER (R.G.), *Brit. Weld. J.*, 1963, vo110, n°1, p23
- [39] HONEYCOMBE (R.W.K.), DICKERING (F.B.) Ferrite and bainite alloy in steels *Met. Trims.*, Vo13, may 1972, 1099-1112..
- [40] SRINIVASAN (G.R.), WAYMAN (C.M.), *ACta. Met.*, 1968, Vo116, 609-621.
- [41] CHLETON (D.N.), KELLY (P.M.), *Iron Steel Inst. Spec. Rep.*, n°93, 1965, p146.

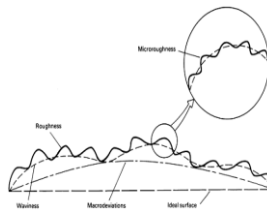
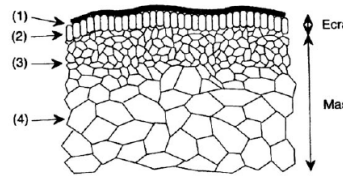
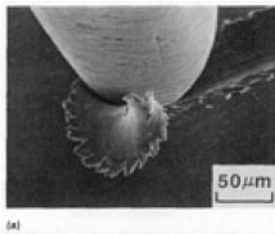


- [42] RADCLIFFE (S.V.), ROLLASON (E.C.), *J. Iron Steel Inst.*, 1959, vol191, p56.
- [43] BRUSSON (J.P.), Contraintes résiduelles dans les pièces cémentées soumises à la fatigue *Trait. Thermique*, 85-74, 55-66.
- [44] MTTMEIJER (E.J.), Fatigue of case hardened steels; role of residual macro and microstress. *heat Treating*, vol3, N°2, (1983), 114-119.
- [45] CHAMPIN (B.), SERAPHIN (L.), TRICOT (R.), Effets compares des traitements de cémentation et de carbonitruration sur les propriétés d'emploi des aciers pour engrenage. *Mem. Sci. Rev. Met.*, (1977), 77-90.
- [46] DIAMENT (A.), EL HAIK (R.), LAFONT (R.), WYSS (R.)  
Tenue en fatigue superficielle des couches carbonitrurées et cémentées en relation avec la répartition des contraintes résiduelles et les modifications du réseau cristallin apparaissant en tours de fatigue. *Traitement Thermique*, 87, (1974), 87-97.
- [47] SIMON (A.), LORENZO (A.), BECK (G.), MEYNET (G.)  
Influence de la teneur en azote sur les transformations de l'austénite carbonitrurée de l'acier 30 CD 4. *Mom. Sci. Rev. Met.*, LXXI, N°12, (1974), 823-831.
- [48] WYSS (U.), WEISSOHN (K.H.), Austénite résiduelle. *Traitement Thermique*. 44-69, 23-29.
- [49] JACQUOT (J.), BAK (C.), Influence de différents traitements superficiels sur la limite de fatigue des Pontes GS. *Traitement Thermique*, 218, (1988), 29-35.
- [50] LIEURADE (H.P.), Effet des contraintes résiduelles sur le comportement à la fatigue des pièces et des structures industrielles. *Traitement Thermique*, 218, (1988), IS-28.
- [51] J.BRAND (A.), FLAVENOT (R.), GREGOIRE (R.), TOURNIER (C.)  
Recueil de données technologiques sur la fatigue, CETIM, (1980).
- [52] PRADO (J.M.), ARQUES (J.L.), Influence of retained austenite on the fatigue endurance of carbonitrided steels. *J. Mat. Sci.*, 19, (1984), 2980-2988.
- [53] GOURMAND (M.), Cémentation - carbonitruration, *Traitement Thermique*, p 131-79, 31-36.
- [54] BELL (T.), THOMAS (D.H.), Cycles stressing of gas nitrocarburized low carbon steel. *Met. Trans. A*, vol 10A, juanary 1979, 79-84.
- [55] BODOMA (S.), The behaviour of residual stress during fatigue stress cycles. *Pro. o j the Int. Con f . on Mech. Beh. o f Mat.*, Kyoto, 15-20 aor2t 1971.
- [56] STARKER (P.), WOHLFART (H.), MACHERAUCH (E.)  
Biegewechsel festigkeit and Grosseneffekt bei unterschiedlich War ebehandelten Stahlproben aus CK 45 nach Kugelstrahlen. *Hare Conf. Int. sur le grenailage de precontrainte*, Paris, 14-17 sept. 1981, Ed Pergamon Press.
- [57] DELARCHE (C.), Influence des conditions de trempe et de revenu a basse température sur les propriétés mécaniques des couches cémentées et carbonitrurées. *Traitement Thermique*, 197-85> 43-49.
- [58] B. Grellet, Journées Spécialisées du CACEMI, Paris, Mars (1999).
- [59] C. Dermaix, G Veyssiere, L. Henry, Journées Traitements de Surface Anti Corrosion, Limoges, Novembre (2000).
- [60] J. P. Lebrun et Y. Corre, Journées Spécialisées du CACEMI, Paris, Mars (1999)

- [61] Alloy phase diagrams, ASM V3, (1992), p231.
- [62] MICHEL (H.). – Nituration de surfaces métalliques. Journées d'Études Oléron 87 ; Les Éditions de Physique, p. 465 à 486, juin 1988.
- [63] GHIGLIONE (D.), CONVERT (F.) et TOURNIER (C.), Nituration, nitrocarburation et dérivés, M 1 227, P3
- [64] PEYRE (J.P.), TOURNIER (C.) et BALDO (P.). Nituration par le procédé Alnat N. Caractéristiques du procédé, structure des couches réalisées. Trait. Therm., P219, mai 1988.
- [65] M. Baker et All, Heat Treating, Volume 4, ASM Handbook, New Age Industries, 1991.
- [66] H. Jack, Proceedings of Heat Treatment 73, Thermals Society, 39 (1975).
- [67] GHIGLIONE (D.), LEROUX (C) et TOURNIER (C.), pratique de traitement thermochimique, M 1 225, P4
- [68] LIGHTFOOT (B.J.) et JACK (H). – Kinetics of nitriding with and without white layers formation. Heat Treat., 73, The Met. Soc., p. 59 à 65 (1975).
- [69] Ralph I, Stephens, Ali Fatemi et all, Metal fatigue in engineering, second edition. 1980.
- [70] L. Barrallier, Genèse des contraintes résiduelles de nituration, thèse de Doctorat.
- [71] E. J. Mittemeijer, Proceeding of Heat Treatment 83, 161 (1983).
- [72] P. De la Cruz, M. Odén et T. Ericson, Mater. Sci. Eng. A. 242, 181 (1998).
- [73] J. Peters, R. Snoeys, and M. Maris, Residual Stress in Grinding, Advanced Fabrication Processes, Conference Proceedings No. 256, Advisory Group for Aerospace Research and Development, Surface engineering, ASM V5, 324.
- [74] Y. Sun, T. Bell, Mat. Sci. Eng. A140, 419 (1990).
- [75] K. Genel, M. Dmrikol, M. Çapa, Mater. Sci. Eng. A279, 207 (2000).

CHAPITRE II

NOTIONS TRIBOLOGIQUES ET COMPORTEMENT EN FROTTEMENT ET A L'USURE



## II.1. La tribologie

Un système tribologique se définit comme un système mécanique, formé de deux matériaux antagonistes en contact, animé de mouvements relatifs. Ces deux solides évoluent dans un milieu ambiant et peuvent être séparés par un film intercalaire appelé troisième corps. Sur le plan tribologique, le troisième corps [76] est un opérateur qui transmet la charge (ou portance) d'un premier corps sur l'autre et accomode en s'écoulant (débit) d'une façon dissipative (frottement) l'essentiel de la différence de vitesse entre deux corps. Les troisièmes corps séparent partiellement ou entièrement les premiers corps. Ils sont introduits dans le contact ou bien par entraînement cinématique (lubrifiants solides ou liquides) ou par formation in situ (particules détachées) (Figure II.1). L'interface d'un tel système devient alors le siège de phénomènes dissipatifs d'énergie, regroupés sous le terme générique de frottement (Tableau II.1).

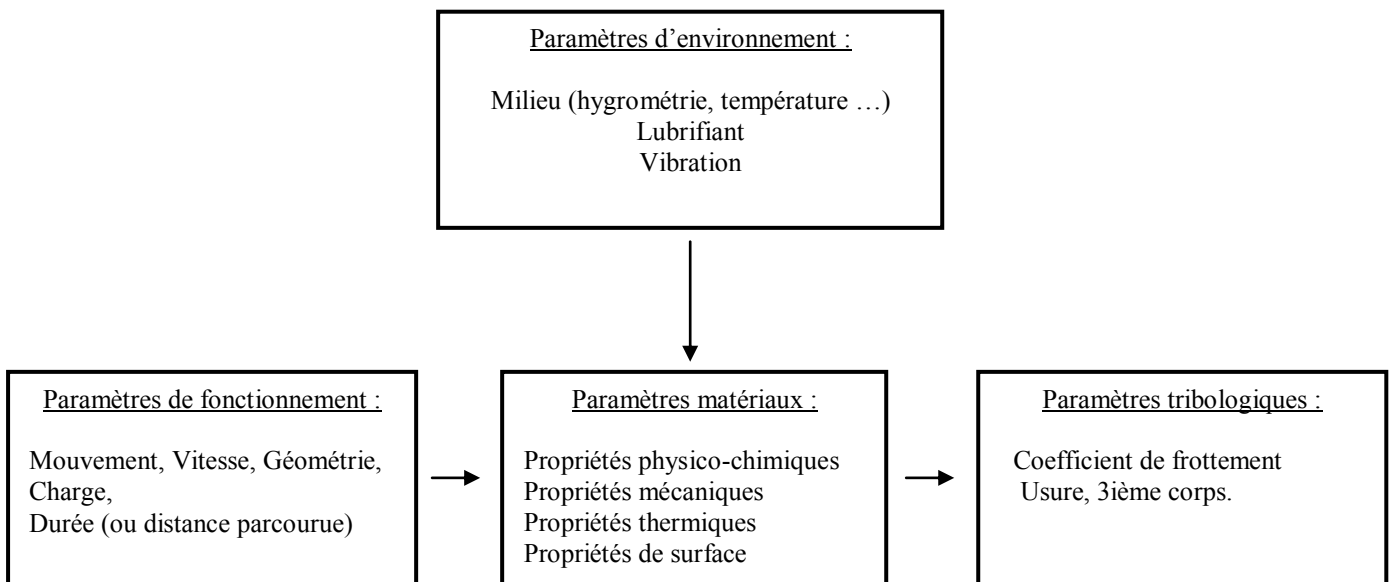


Figure II.1 : Synoptique général d'un système tribologique.

Tableau II-1 : Différents modes de dissipation d'énergie en frottement [77].

Énergie dissipée	Mode de dissipation
Énergie de déformation	Déformations élastiques et plastiques
Énergie de rupture	Fissuration, formation de débris, arrachements, écaillages
Énergie thermique	Échauffements, écoulement de chaleur, transferts par conduction
Énergie chimique	Adhésion, oxydation
Énergie acoustique	Vibrations, bruits
Énergie électrique	Électrisation, accumulation de charges, Potentiels électrochimiques
Énergie lumineuse	Étincelles, rayonnement, photoémission

La quantification de ces énergies est d'un intérêt capital car elles conditionnent les échauffements à l'interface, elles modifient la micro et la macro géométrie du contact (dégradations par usure conduisant à la détérioration du système).

## II.2. Les surfaces

Par définition, la surface d'un corps est le lieu des points séparant ce corps du milieu environnant. Elle correspond donc à une discontinuité dans l'aménagement périodique des atomes de celui-ci.

En surface, le nombre de plus proches voisins est différent de ce qu'il est en volume. On parle aussi d'interface solide-gaz, solide-liquide, solide-solide.

La notion d'état de surface comprend :

- l'état physico-chimique (nature, structure, texture des couches superficielles)
- l'état géométrique (ensemble des écarts géométriques de la surface réelle par rapport à la surface géométrique idéale).

Les surfaces présentent des défauts géométriques de différents ordres :

- ordres macroscopiques liés à des écarts de grande amplitude dus généralement aux défauts géométriques de la machine génératrice (écart de forme du 1<sup>er</sup> et 2<sup>nd</sup> ordre),
- ordres microscopiques liés à des écarts de faibles amplitudes dus à l'outil de coupe, aux grains abrasifs, aux particules de sablage ou grenailage, aux

vibrations de la machine ou encore aux piqûres de corrosion (rugosité, écarts de forme de 3<sup>ème</sup> et 4<sup>ème</sup> ordre).

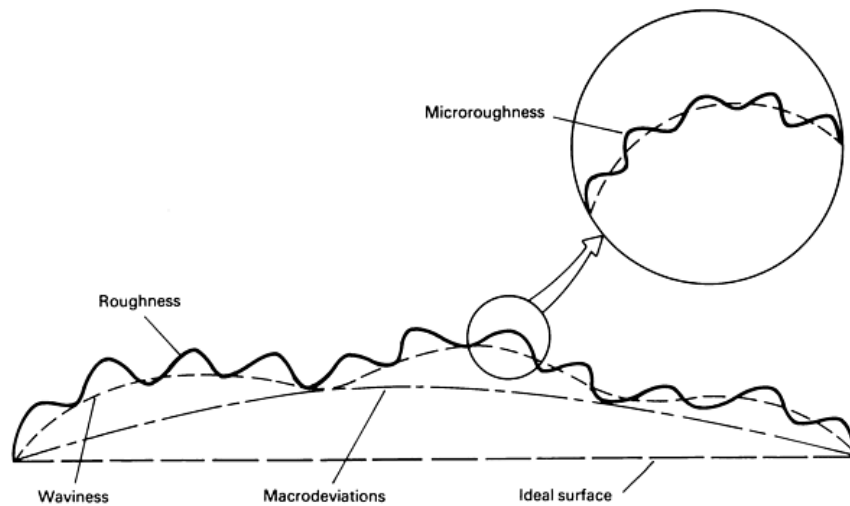


Figure II.2 : Schéma déviation relative par rapport à une surface idéal [78]

En réalité, le terme surface représente une couche d'épaisseur comprise entre  $10^{-2}$  et  $10^{-6}$  mm. La composition chimique et les propriétés mécaniques de cette zone peuvent être très différentes de celles du coeur du matériau. La surface peut être recouverte de films contaminant (gaz adsorbés, produits organiques), d'oxydes et dans le cas de métaux, peut être écrouie. La présence de ces écrans va modifier le comportement tribologiques des corps en contact (Figure II.3).

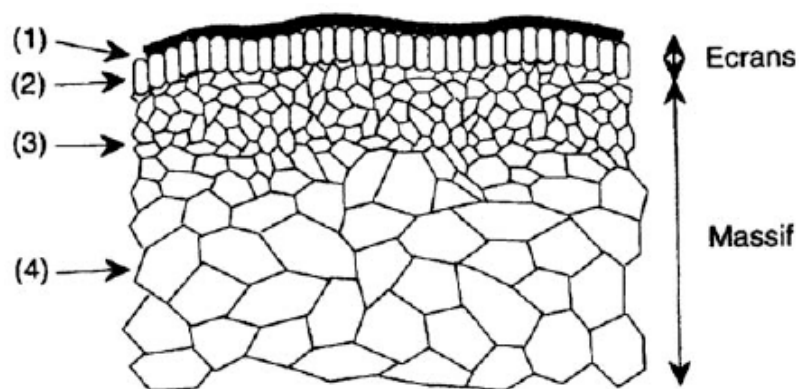


Figure II.3 : Vue théorique en coupe d'une surface.[79]

La surface est donc l'endroit le plus perturbé d'une pièce. La zone (1) est un film de contamination (0,3 à 3 nm) constitués de couches absorbées. La zone (2) est un film

d'oxydes (1 à 10  $\mu\text{m}$ ). La zone (3) est une zone mécaniquement perturbée (1 à 50  $\mu\text{m}$ ) de structure écrouie ou structure de couche de diffusion. La zone (4) partant de 100  $\mu\text{m}$  est le matériau massif.

Lorsque l'usure est limitée à l'enlèvement des films de surface, elle est appelée « usure douce ». Ces écrans détruits peuvent être reconstitués par réaction avec l'environnement. Lorsque l'usure s'étend au massif, elle est appelée usure « destructrice » ou « sévère ».

Les surfaces de contact de deux corps frottants peuvent ne pas jouer des rôles symétriques.

Le contact peut être selon les géométries des corps :

- ponctuel (sphère/sphère, sphère /plan,...)
- linéaire (cylindre/plan)
- surfacique (rotule dans sphère)
- conformel (cylindre/cylindre) ou contraformel (cylindre dans cylindre creux).

Le contact statique entre deux solides ne s'effectue donc pas sur la surface apparente commune aux deux solides, mais sur un ensemble de zones discrètes (aussi appelées aspérités) dont la somme des aires donne la surface réelle de contact. Dans le cas d'un frottement de glissement, les zones de contact sont sans cesse renouvelées.

Le rapport aire réelle sur aire apparente peut varier de façon significative : il est alors plus facile de raisonner en terme de force appliquée plutôt que de pression.

La surface réelle de contact est sensible à la charge appliquée. De nombreuses études se sont intéressées à la variation de l'aire réelle de contact en fonction du mode de déformation des aspérités : élastiques pour le modèle d'Archard (années 50), élasto-plastiques pour le modèle de Greenwood-Williamson (années 60) [77].

### II.3. Le concept de troisième corps

Rappelons que le mouvement peut détruire les surfaces et que les débris commencent leur vie dans le contact. Si les débris sont piégés dans le contact, le contact à deux corps devient un contact à trois corps.

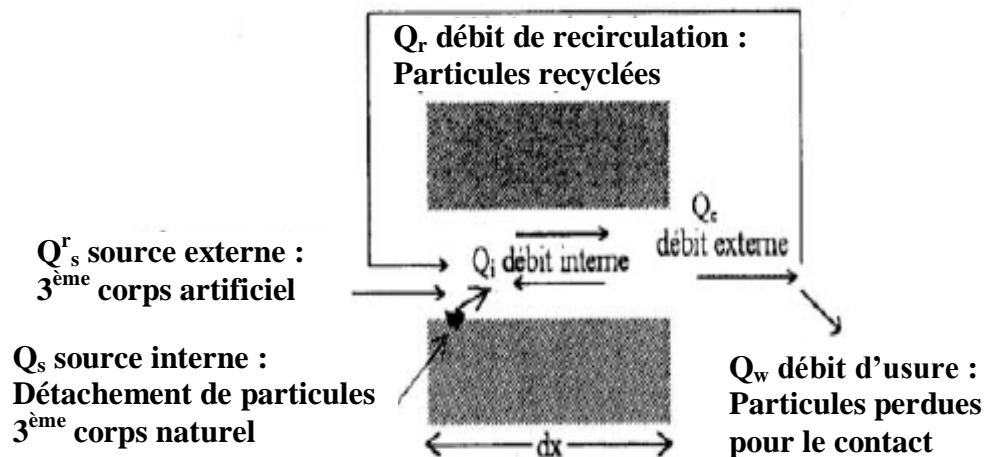


Figure II.4 : Circuit tribologique pour un contact élémentaire [80]

### II.4. Mécanismes de dégradation des surfaces

L'usure est un ensemble complexe de phénomènes, amenant une émission de débris avec perte de masse, de côtes, de forme, et s'accompagnant de transformations physiques et chimiques des surfaces.

Elle ne varie généralement pas de manière progressive en fonction de paramètres comme la vitesse, la température ou le temps. Si certaines formes d'usure sont relativement régulières, d'autres au contraire connaissent des sauts très brutaux, dans des rapports pouvant aller parfois de 1 à 100 000 ou plus, lorsque certaines valeurs critiques sont franchies.

L'usure est généralement combattue à cause de ses effets négatifs, mais elle présente aussi des aspects favorables. L'affûtage d'un outil, la finition d'une surface par rectification, l'écriture de la craie sur le tableau ou du crayon sur le papier sont des exemples d'usures abrasives utiles.

Il arrive que l'on provoque sciemment certaines formes d'usure pour lutter contre d'autres formes qui seraient beaucoup plus dévastatrices. Quand il est bien conduit, le rodage d'un mécanisme, c'est-à-dire la phase de fonctionnement où les pièces



« apprennent à vivre ensemble », provoque des usures qui se révéleront « protectrices » lors des phases suivantes. La plupart du temps, l'usure globale d'un mécanisme est due à plusieurs processus qui agissent simultanément, plus rarement à un processus bien défini et identifiable. L'effet de ces actions simultanées est souvent plus important que la somme des effets que l'on produirait en faisant agir séparément les divers processus, on parle parfois de « suradditivité ».

Dans les premiers instants du frottement, ce sont les écrans superficiels qui subissent l'ensemble des mécanismes inhérents au frottement (effets thermiques, mécaniques ou chimiques). Ensuite, ces mécanismes se relaient ou s'interpénètrent en fonction des multiples conditions présentes.

En général, une pièce subit tout au long de sa vie 3 étapes d'usure :

- Rodage : usure rapide avec une vitesse d'usure régulièrement décroissante.
- Marche normale : durée de vie (usure faible et constante).
- Vieillesse et mort : vitesse d'usure croissante.

**II.5. Les quatre principaux modes d'usure :****II.5.1. L'usure par transfert ou adhésion :**

Elle se caractérise par un transfert de débris d'un des deux antagonistes vers l'autre soit par un mécanisme d'origine purement mécanique, soit suite à une réaction physico-chimique. Pour le transfert mécanique, plusieurs hypothèses ont été développées. Les micro-aspérités présentes dans le contact peuvent conduire à la diminution des zones en contact et générer aux jonctions des énergies très élevées qui peuvent favoriser les réactions physicochimiques (micro-soudage des aspérités en contact).

Lors du frottement, il existe entre les matériaux antagonistes une multitude de microcontacts qui supportent l'ensemble de la charge normale. En effet, dans ces régions, une construction des lignes de forces engendre des concentrations de contraintes et l'augmentation de la température (températures flashes). L'évolution de ces aspérités dépend des conditions de sollicitations et de l'environnement.

Un équilibre est atteint dès que l'adhérence des films de transfert est supérieure à la force de frottement. Sinon, les contraintes de cisaillement générées provoquent la rupture à l'interface surface/film transféré et forme des débris.

Ces derniers peuvent être progressivement évacués du contact en laissant une surface très réactive siège d'un nouveau processus de dégradation. Si les débris restent piégés dans le contact, les aires réelles de contact s'accroissent et assurent un rôle de portance (effet de séparation des antagonistes, les débris supportent les pressions, l'usure et le coefficient de frottement sont moindres).

**II.5.2. L'usure par fatigue :**

Elle est liée à l'action d'un mouvement cyclique et à la capacité des matériaux à absorber les énergies de déformation et les contraintes thermiques générées par frottement. L'usure par fatigue se manifeste par des fissures, des écailles et des changements de structure métallurgique.

Les comportements face à ce mécanisme d'usure dépendent de la nature du matériau. Dans le cas de matériaux ductiles (matériaux métalliques ou polymères), la rupture par fissuration (ou mécanisme de délaminage) a lieu en sous-couche, parallèle à la surface de frottement, dans les zones où les contraintes de cisaillement sont maximales.

La théorie de Hertz indique la répartition des contraintes de cisaillement en sous-couche. L'analyse des transferts thermiques sur la microstructure (déplacement des lacunes, des dislocations, des plans de glissement, l'effet des joints de grains...) explique la formation de fissure associée à un écrouissage ou à un adoucissement de la surface. Ce phénomène peut se décomposer en plusieurs phases.

Dans un premier temps, il y a augmentation de la densité de dislocations en surface provoquant un écrouissage superficiel.

Dans un deuxième temps, l'énergie de frottement transmise à la surface de ce matériau a pour effet de redistribuer cette densité de dislocations en un réseau plus stable par glissement ou montée de dislocations. Il existe alors un déséquilibre entre les contraintes internes. En surface, suite à une densité plus élevée de dislocations, des contraintes de compression sont générées alors qu'en sous couches, la densité de dislocations étant moindre, des cavités se forment, favorisant la fissuration.

### **II.5.3. L'usure par réactions tribochimiques :**

C'est un système à trois composantes, où interviennent la réactivité chimique entre les surfaces, la réactivité chimique avec le milieu environnant et la réactivité physico-chimique avec les débris. Ce type de dégradation résulte d'une seule ou de plusieurs réactions chimiques sous l'effet d'agent corrosif (environnement, lubrifiant) et des contraintes mécaniques pendant le frottement. Suivant l'état structural superficiel, il se crée des oxydes réactionnels dépendant de l'environnement.

Suite au frottement entre les surfaces, la rupture des aspérités qui s'oxydent, forme des débris en général très stables et très durs. Ces derniers jouent alors un rôle abrasif et viennent dégrader les surfaces antagonistes et donc entretenir l'usure. Par contre, il est possible de rencontrer une configuration moins agressive par la formation de films d'oxydes adhérents à la surface d'un des antagonistes et suffisamment résistants au cisaillement pour jouer un rôle protecteur.

### **II.5.4. L'usure par abrasion :**

Elle se caractérise par la présence dans le contact d'un état de surface rugueux ou par pénétration dans le matériau le plus tendre de particules dures provenant des débris d'usure du contact ou lié à la pollution du milieu. Ce mécanisme de dégradation

qui fait intervenir dans les premiers instants uniquement les corps antagonistes, devient rapidement une usure à trois corps.

Cette forme d'usure se manifeste par des polissages, des griffures, des micro-labourages, des arrachements de particules. Le micro-labourage (ou micro-usinage) se manifeste par des rayures à la surface du matériau le plus tendre sans arrachement de matière mais provoquant sur les bords du sillon une déformation plastique. Le plus souvent pour lutter contre l'usure abrasive, on cherche à durcir les matériaux (au moins leur surface).

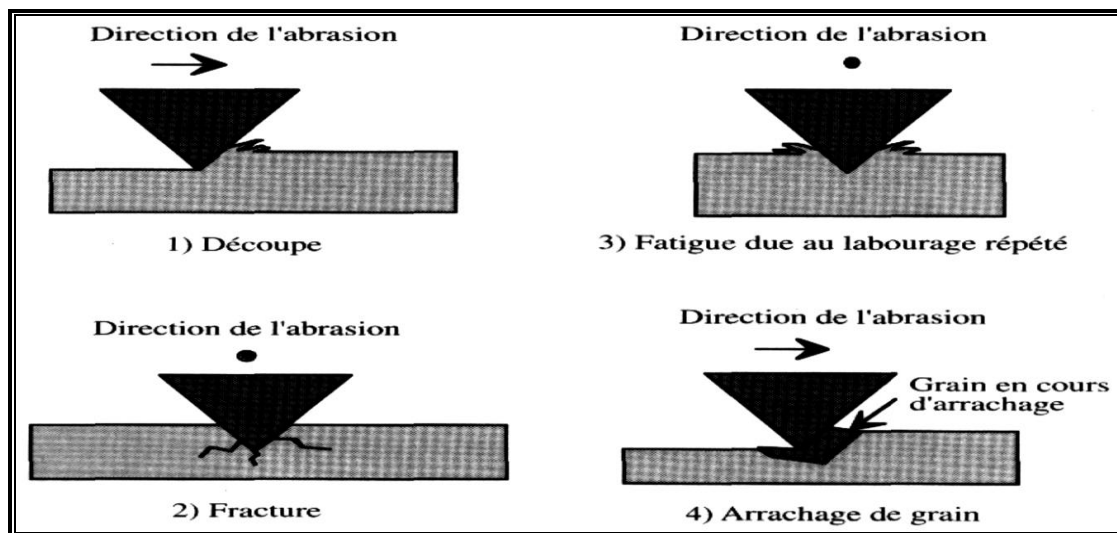


Figure II.5 les quatre modes d'usure abrasive [77]

#### II.5.4.1. Modes abrasifs pour un métal :

Dans le cas du passage glissant avec une seule passe, une aspérité abrase la surface en créant trois types possibles de détériorations : le labourage plastique, le bourrelet et le copeau.

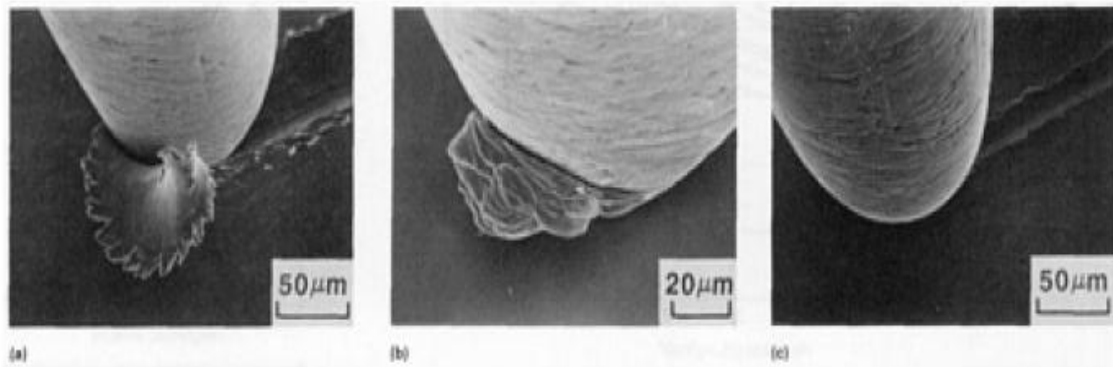


Figure II.6 : (a) copeau, (b) bourrelet plastique, (c) Formation d'un labourage [81]

Pour déterminer le degré de sévérité de cette déformation, il est utile d'introduire un paramètre  $D_p$ , qui caractérise le degré de pénétration (Figure II.7) :

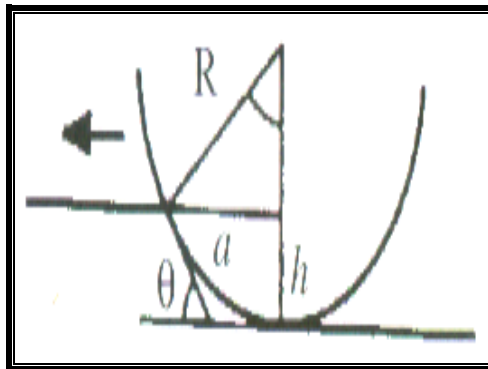


Figure II.7 : Diagramme correspondant au mode abrasif [77].

$$D_p = \frac{h}{a} = R \sqrt{\frac{\pi H}{2Fz}} \cdot \sqrt{\left(\frac{\pi R^2 H}{2Fz} - 1\right)} \quad \dots II.1$$

( $a$ ) : est le rayon de contact,  $h$  la profondeur de pénétration,  $R$  le rayon de l'aspérité supposée sphérique,  $H$  la dureté de la surface indentée et  $Fz$  la charge appliquée.

C'est Kato [19] qui a introduit un facteur correctif  $\alpha = 0.8$  (la valeur la plus appropriée à l'expérience).

$$D_p = 0,8 \cdot \frac{1 - \cos\theta}{\sin\theta} \quad \dots II.2$$

Le mode d'usure possible du matériau en abrasion est donc donné dans un diagramme  $D_p$ - $f$ , où  $f$  représente la contrainte de cisaillement relative.

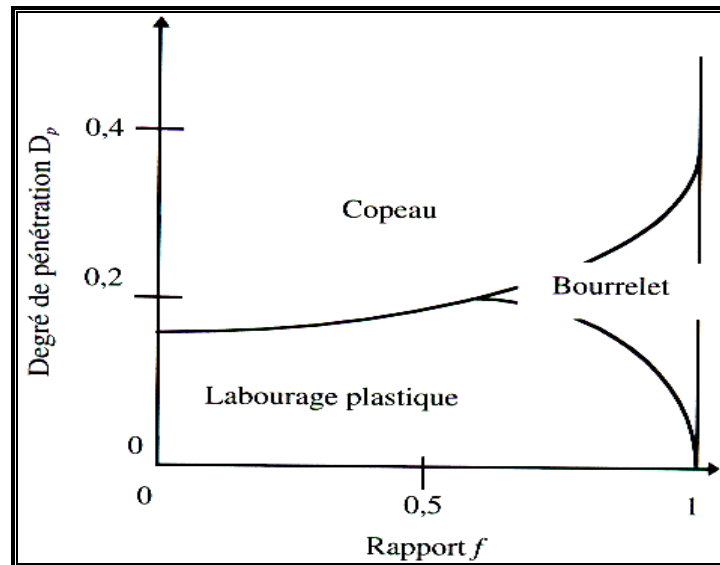


Figure II.8 : Modes de déformations dans un contact abrasif [77].

## II.6. Comportement des matériaux métalliques vis-à-vis de l'abrasion

### II.6.1 Influence de la dureté du matériau

Khruschov et Babichev [82] ont mis en évidence une corrélation entre la résistance relative à l'usure et la dureté des métaux purs et des aciers.

L'opération de trempe-revenu permet d'augmenter notablement la dureté des aciers, suivant leur teneur en carbone, ce qui se traduira par une augmentation de la résistance à l'abrasion.

La figure II.9 met en évidence les points suivants :

- Les aciers au carbone ou les aciers à outil, à dureté égale, ont une résistance à l'usure inférieure à celle des métaux purs,
- L'écrouissage n'améliore pas la résistance à l'abrasion (hormis les aciers à 6-14% de Mn) : la déformation plastique se produisant au cours de l'essai d'abrasion est très supérieure à celle obtenue par les procédés classiques d'écrouissage de surface (grenailage, galetage),
- La résistance à l'usure des aciers inoxydables augmente avec la dureté,
- dans le cas des aciers, pour un niveau de dureté donné, la résistance à l'usure est fonction de la nuance de l'acier (présence de carbures).

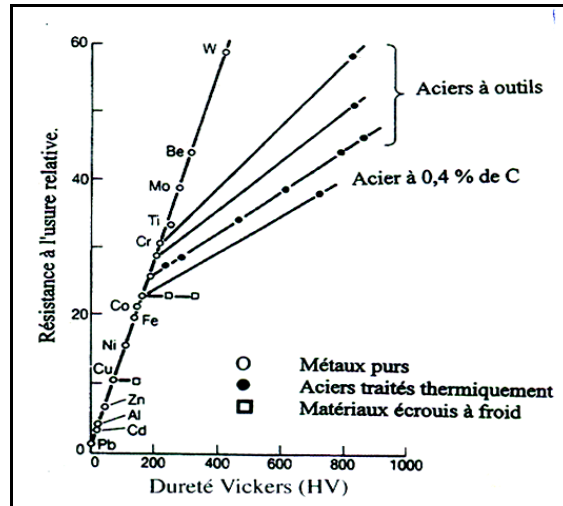


Figure II.9 : Résistance à l'usure relative de métaux purs et des aciers trempés et revenus ou écrouis en fonction de la dureté. « Abrasion à deux corps » [83].

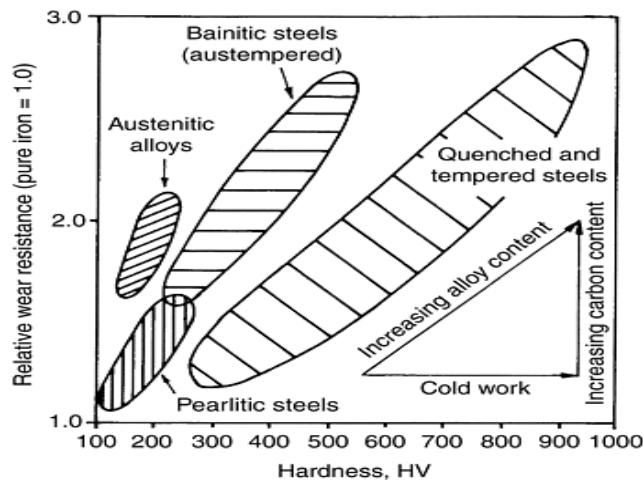


Figure II.10 : Influence de la microstructure des aciers sur la résistance à l'abrasion deux corps. Abrasifs  $Al_2O_3$ , 90  $\mu m$ . [83].

### II.6.2. Influence de la nature et de l'angle d'impact des particules

La figure II.11 [23] montre, à titre d'exemple, l'influence sur le taux d'abrasion de trois types de particules de tailles et de formes similaires mais de dureté différentes. Plus les particules sont dures (dureté  $SiC > dureté Al_2O_3 > dureté SiO_2$ ), plus l'abrasion est importante.

A nature identique, la taille et la forme des particules exercent une influence sur l'importance de l'arrachement mécanique de matière.

P.H. Shipway a étudié l'effet de la taille moyenne des particules sur la valeur de l'endommagement d'un métal en fonction de l'angle d'impact.

Les résultats montrent que plus la taille moyenne des particules est élevée, plus l'angle d'impact correspondant à une abrasion maximale est faible.

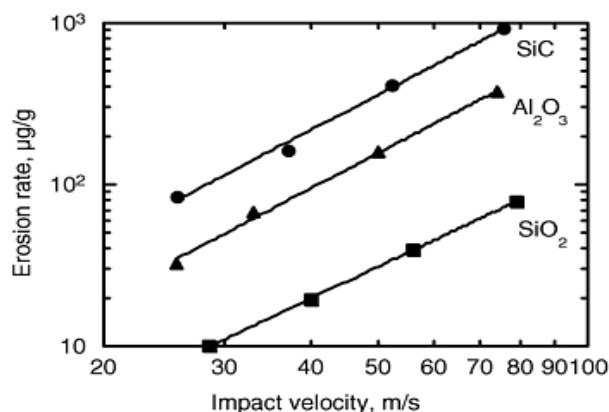


Figure II.11 : Taux d'abrasion de différents types de particules en fonction de leur vitesse en milieu [84].

### II.6.3. Influence de la microstructure

L'influence de la microstructure de l'acier sur la résistance à l'abrasion est illustrée par la figure II.12.

A dureté égale, les aciers austénitiques ont une résistance à l'abrasion supérieure à celle des aciers perlitiques, bainitiques et martensitiques. Ce comportement peut être interprété en terme de ductilité et de durcissement par écrouissage des différentes microstructures.

La martensite, à faible ductilité conduit à un enlèvement de matière par émission de débris plus important que celui des structures austénitiques ou bainitiques. L'austénite, sous l'effet des contraintes générées au contact de l'abrasif peut durcir sous l'effet de l'écrouissage, tout en conservant un niveau de ductilité élevé.

La présence de précipités du type carbures Cr, W, V, Mo dans une matrice tenace améliore généralement la résistance à l'usure des matériaux.

Dans le cas des aciers à outils martensitiques, une proportion importante de carbure peut conduire à une réduction de la résistance à l'usure en favorisant les mécanismes de rupture fragile.



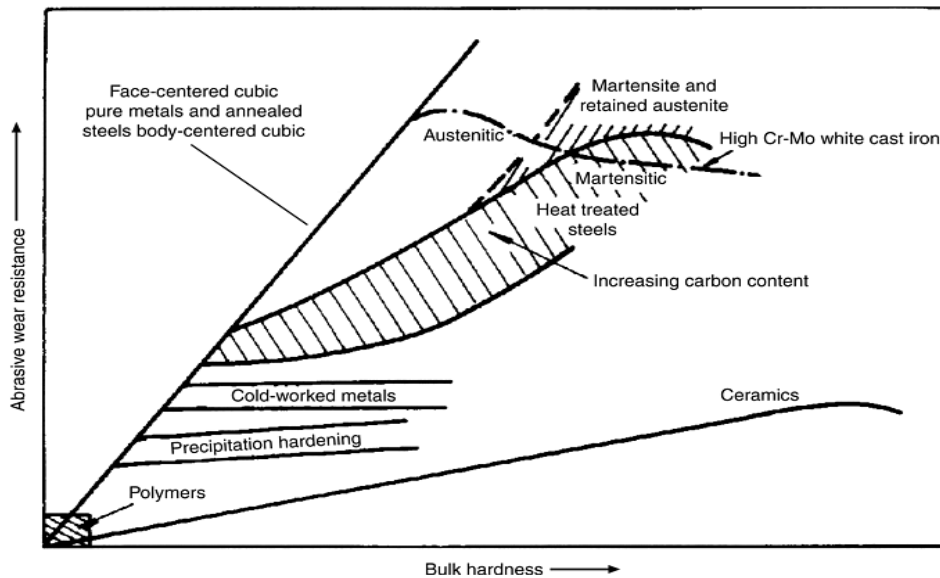


Figure II.12 : Résistance à l'usure par abrasion de différents matériaux en fonction de leur dureté. Abrasion deux corps- [85].

#### II.6.4. Influence de la vitesse

La perte de masse par abrasion augmente légèrement avec la vitesse d'abrasion. Cet accroissement est attribué à une baisse des caractéristiques mécaniques sous l'effet de l'échauffement provenant de l'accroissement de la vitesse.

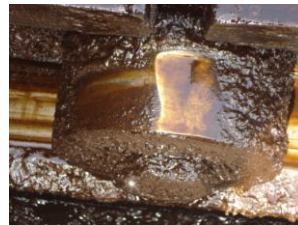
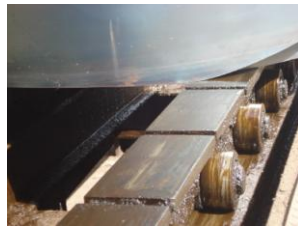
#### II.6.5. Influence de l'ambiance

La nature de l'ambiance et la température jouent un rôle complexe dans l'abrasion par les modifications qu'elles peuvent apporter au niveau de l'abrasif (agglomération des particules, variation du broyabilité...), de la surface exposée (oxydation, corrosion, refroidissement) et des caractéristiques du contact (modification du coefficient de frottement, création éventuelle d'un film d'eau protecteur...). Cependant, l'influence de l'ambiance est généralement faible, lorsque la vitesse d'usure mécanique est élevée.

*CHAPITRE III*

---

*ETUDE DU PROBLEME POSÉ*



**Introduction :**

L'inspection des pièces en cours de fonctionnement et/ ou après utilisation constitue un élément capital de l'analyse d'un problème de frottement. En effet elle permet, outre l'identification des modes d'évolution ou d'usure, de rendre compte du comportement générale du contact dans les conditions réelles d'utilisation et, en particulier, de mettre en évidence des phénomènes qui sont souvent impossible à prévoir à la conception, par exemple : effets de l'environnement, de sollicitation (parasites) telles que vibrations, désalignements ...

Pour parvenir à un diagnostic précis, l'inspection doit souvent ne pas se limiter aux seuls constats effectués sur les pièces, mais utiliser un raisonnement associant à ces observations les éléments connus du contexte (éléments mécaniques, tribologiques, nature des matériaux...). De plus, lorsque plusieurs hypothèses de dégradation sont en compétition, il peut s'avérer nécessaire d'aller au-delà des seuls observations macrographiques ou visuelles, les éléments de réponse décisifs n'étant accessibles que par examens micrographiques, voire par certaines investigations complémentaires encore plus fines.

**III.1. Contexte :**

Problème rencontré au niveau des galets du convoyeurs transporteurs de bobines (laminoir à chaud) ArcelorMittal Annaba : consommation importante des galets par usure.

- Nuance matières galets

Tableau III.1 : Composition chimique d'acier étudié.

Nuance	% C	% S	% P	% Al	% Si	% Mn	% V	% Mo	% Ti	% Cu	% Cr
<b>XC 45</b>	0.46	0.015	0.016	0.054	0.24	0.74	0.001	0.004	0.002	0.040	0.050

- Nuance roulements : 100 C6,

- Nuance plaques d'usure (piste de roulement) : 20 MC 5,

- Mouvement relatif galet/piste ; galet/roulements en translation,

- Ambiance : présence d'eau, graisse et huile,

- Poussière et calamine,

- Température au niveau galets entre 40 et 60 °C (mesuré à l'aide d'un Thermomètre infrarouge modèle Fluke).

### III.2. Caractérisation visuelle de l'incident (dégradation des galets) :

- Blocage des galets en mouvement de rotation ce qui provoque, un mouvement difficile en translation de la chaîne voire une surcharge importante sur les moteurs d'entraînement

- Usure extérieure et intérieure des galets et formation d'un méplat (Figure III.1 à III.6)

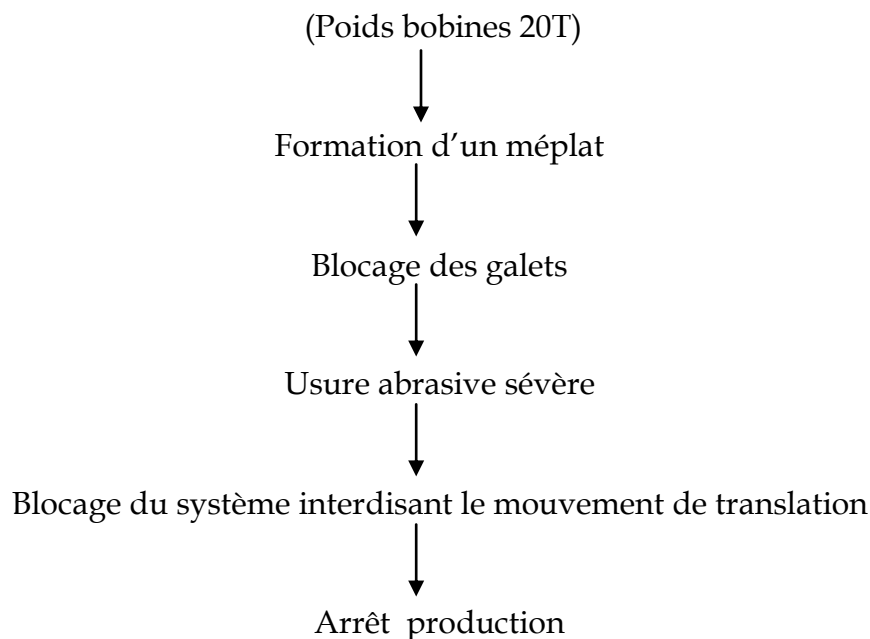
### III.3. Investigation complémentaire :

Les examens macro et micrographiques des différentes pièces révèlent :

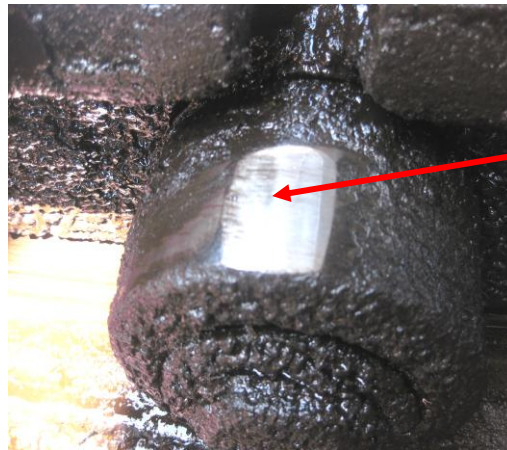
- Une usure importante sur la partie extérieure des galets (Figure III.1 à III.6),
- Déformation plastique (matage),
- Rouille sur les galets,
- Casse et perte des aiguilles des roulements.

### III.4. Processus de dégradation :

Déformation des galets et détérioration des roulements suite aux fortes charges

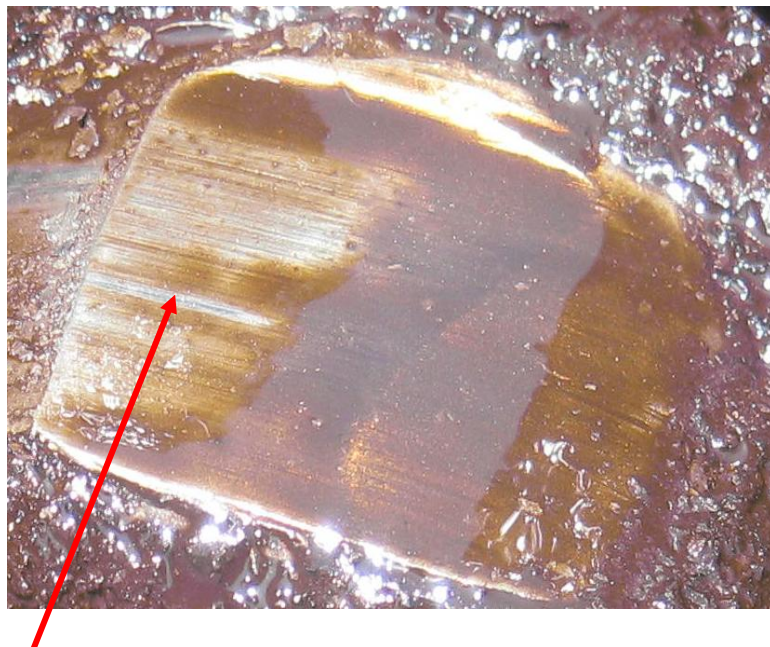


III.5. Etape d'endommagement des galets en cours de service :



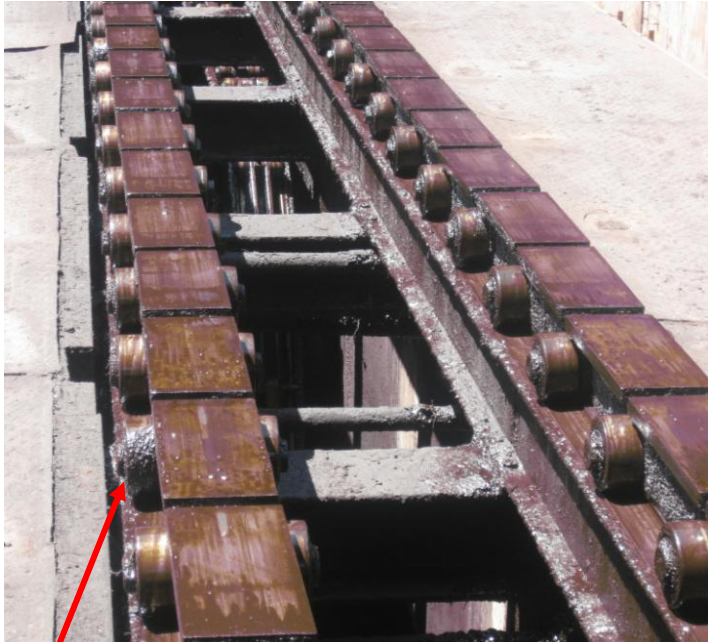
Formation d'un méplat

Figure III.1 : pièce usée avec formation d'un méplat sous l'effet d'un frottement au cours de son mise en service après environs 3 mois.



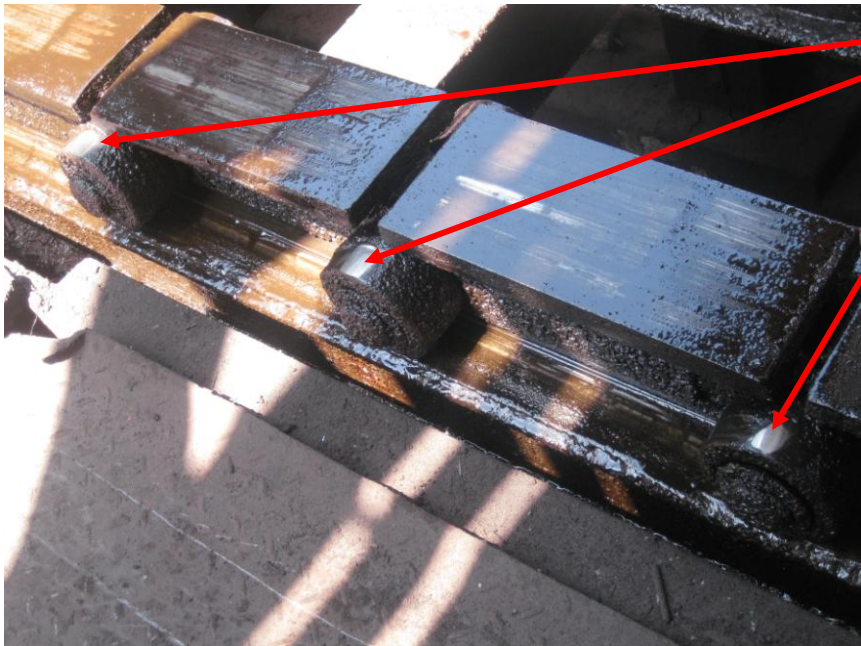
Galet avec usure importante

Figure III.2 : pièce usée



Chaîne avec galet bloqué

Figure III.3 : chaîne avec un galet bloqué



Parties usées

Figure III.4 : chaîne avec trois galets usés

Figure III.5 : convoyeur avec bobine 18 tonnes



Figure III.6 : galets usés (A, B)





Figure III.7 : Début de formation de méplat



Figure III.8 : Ecaillage, corrosion

Usure intérieure



Partie déformée



Figure III.9 : Déformation plastique



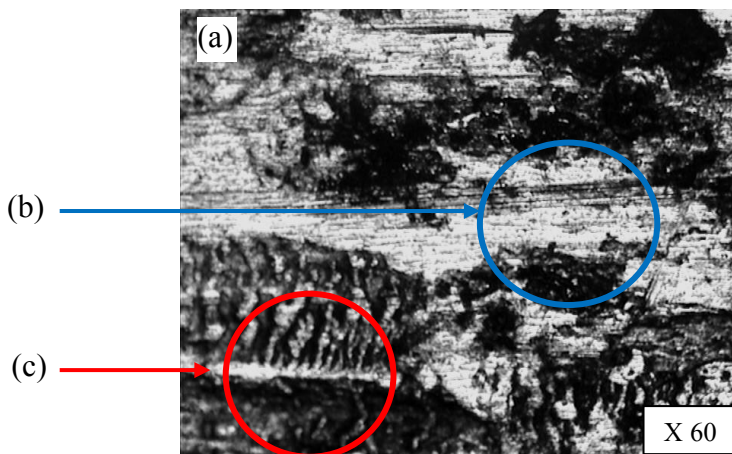
### III.6. Micrographies de l'état de surface des parties usées :

Afin de mettre en évidence les perturbations (les hétérogénéités) de l'état de surface du galet après trois mois de service, des micrographies à un faible grossissement (60 et 110X) ont été prise à différentes zones de la pièce utilisée.

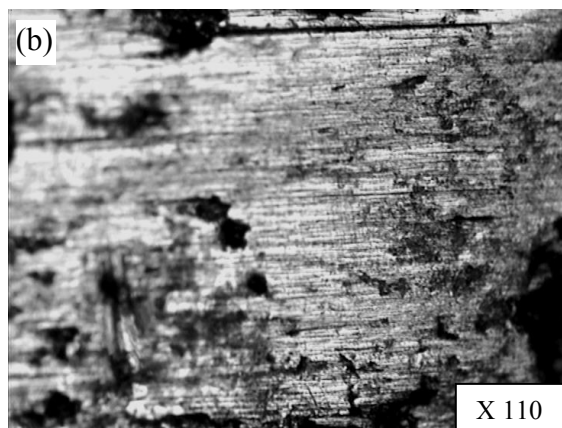
On note l'existence de : Microfissures, Stries de fatigue, Rayures, Sillons, Cavités et écaillage superficiel.

En plus de ces défauts, des zones importantes d'usure abrasive sévère et un arrachement des parties dures sont observés (voir Fig III.10 : planche 1et 2)

Planche 1 : Faciès d'usure après trois mois de service

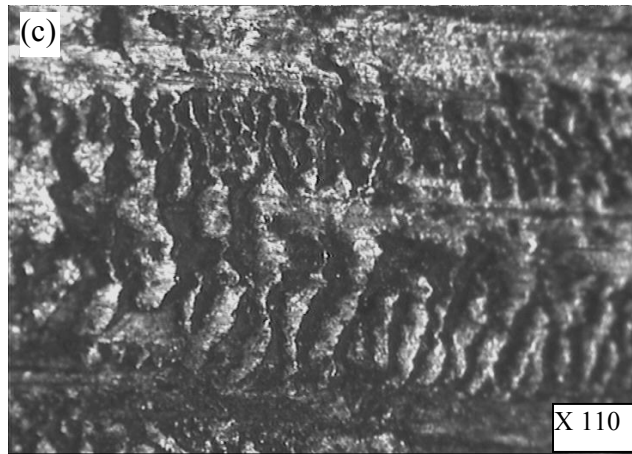


Usure hétérogène :  
zone de rupture par fatigue  
caractérisée par des stries grossières  
et la présence des microfissures



Usure abrasive sévère

Planche 2 : Faciès d'usure après trois mois de service



Microfissures et stries de fatigue



Usure mixte : ductile fragile  
abrasive



Stries de fatigue



Arrachement des corps plus  
durs et microfissures

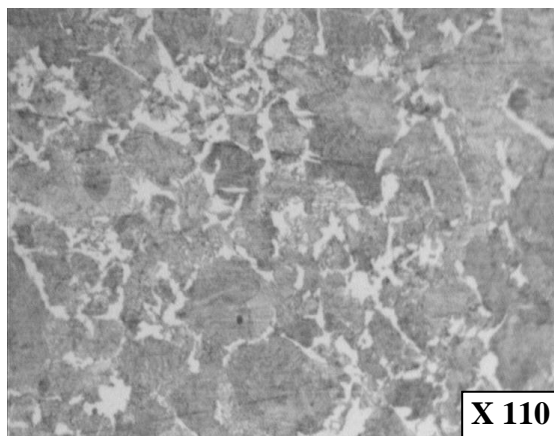
Figure III.10 (Planche 1 et 2) Micrographies optique des parties usées (a,b,c,d,e,f)

### III.7 Métallographies du galet avant et après mise en service :

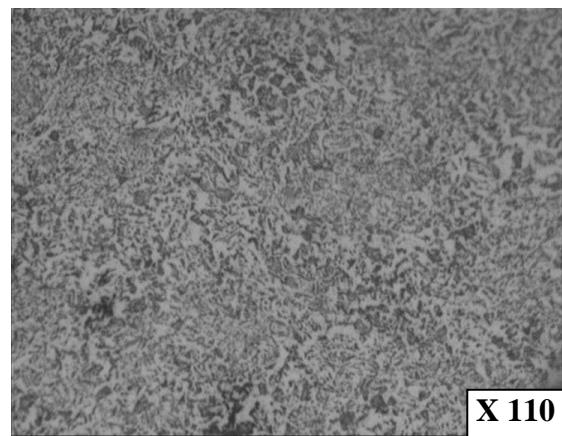
Les micrographies ci dessous caractérisent les structures qui correspondent à l'état avant et après la mise en service (03 mois) du galet étudié.

Une structure de ferrite et perlite à l'état non utilisée (avant mise en service) de dureté 358 H<sub>V</sub>.

Une structure austénito-martensite où on constate la forme en latte de la martensite. La dureté correspondante est de 420 H<sub>V</sub>. après la mise en service



(a)- Avant la mise en service  
(Ferrite, perlite) + Carbures



(b)- Après la mise en service (trois mois)  
Austénito-martensite, martensite en lattes

Figure III.11 : micrographie optique des parties actives des pièces ( Nital 3%)

### III.7 Modèle d'endommagement par fatigue :

On distingue trois étapes successives :

- Première étape : aucune fissure microscopique n'est décelable cette période et caractérisée par des phénomènes liés aux dislocations ; (multiplication, réorganisation, empilement, formation de lacune et de cellule, elle se termine par micro amorçage due à la concentration des contraintes liées aux empilements de dislocations
- Deuxième étape : amorçage macroscopique qui se termine par la création d'une macrofissure.
- Dernière étape : il s'agit de la propagation de la macrofissure qui se termine par rupture brutale et arrachement de la matière (parties dures) en laissant un pore.

### **III.8. Conclusion**

Le problème posé par ArcelorMittal Annaba est la surconsommation des galets, des arrêts fréquents des convoyeurs à bobines et des arrêts de production, en plus de la perte en matière par oxycoupage des rives endommagées due à la manutention des bobines avec le pont pendant le conditionnement.

Cette perte présente environ deux pourcent (2%) de la production journalière (2500 tonnes par jour) pour l'année 2009

Une étude technico-économique détaillant l'influence du dysfonctionnement des convoyeurs sur la production et les coûts de maintenances, sera présentée dans le chapitre VI.

On ne pourra envisager des remèdes correspondants qu'après une étude approfondie des échantillons des pièces qui vont subir des traitements thermiques, thermo-chimiques, des tests d'usure, des essais de dureté ainsi que des essais de corrosion.

CHAPITRE IV

---

*Méthodes, conditions expérimentales  
et analyses*



### Introduction

Après avoir découpé et préparer les échantillons à partir des galets du convoyeur à chaîne de l'unité Laminoir à chaud du complexe sidérurgique ArcelorMittal Annaba, ces derniers ont subi un traitement thermique de trempe suivi d'un revenu, a fin d'augmenter leurs dureté. Ce traitement a été effectué à quelques échantillons tandis que les autres ont subi un traitement thermochimique de cémentation et de nitruration.

Tableau IV.1 : Représente les différents groupes d'échantillons

Groupe	Echantillons	Repère
01	Matériau sans traitement (brute)	brute
02	Echantillons (pièces utilisées pendant trois mois de service)	T
03	Echantillons (pièces non utilisées)	NT
04	Echantillons pour trempe et revenu	TTH
05	Echantillons pour cémentation (2h, 3h, 4h et 6h)	Cem 2h Cem 3h Cem 4h Cem 6h
06	Echantillons pour nitruration (2h, 3h, 4h et 6h)	TN 2h TN 3h TN 4h TN 6h

Tableau IV.2 Groupe, utilisation

Groupe	Objective d'utilisation (traitements et caractérisations)
01	- Analyse chimique. - Préparation d'échantillons pour les différents traitements.
02	- Contrôle phénomène d'usure, micrographie. - Contrôle des étapes de dégradation.
03	- Micrographie, dureté. - Analyse chimique.
01, 04, 05, 06 et 07	- Usure abrasive. - Microdureté. - Corrosion. - Caractérisation par rayon X.

IV.1. Matériau étudié

Voir Tableau III.1 page 67.

IV.2. Traitements thermiques

IV.2.1. Traitement de trempe

Les échantillons ont été austénitisés dans un four électrique à la température de 850°C, avec un temps de maintien de demi-heur, suivi d'un refroidissement à l'huile selon le cycle thermique présenté par la Figure IV.1.

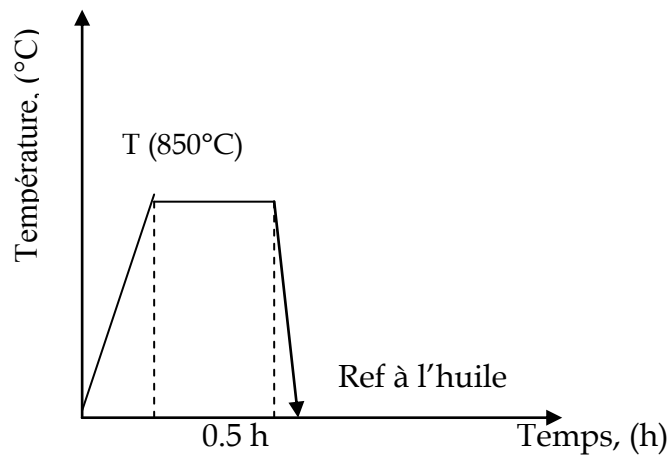


Figure IV.1 : Cycle du traitement thermique de trempe.

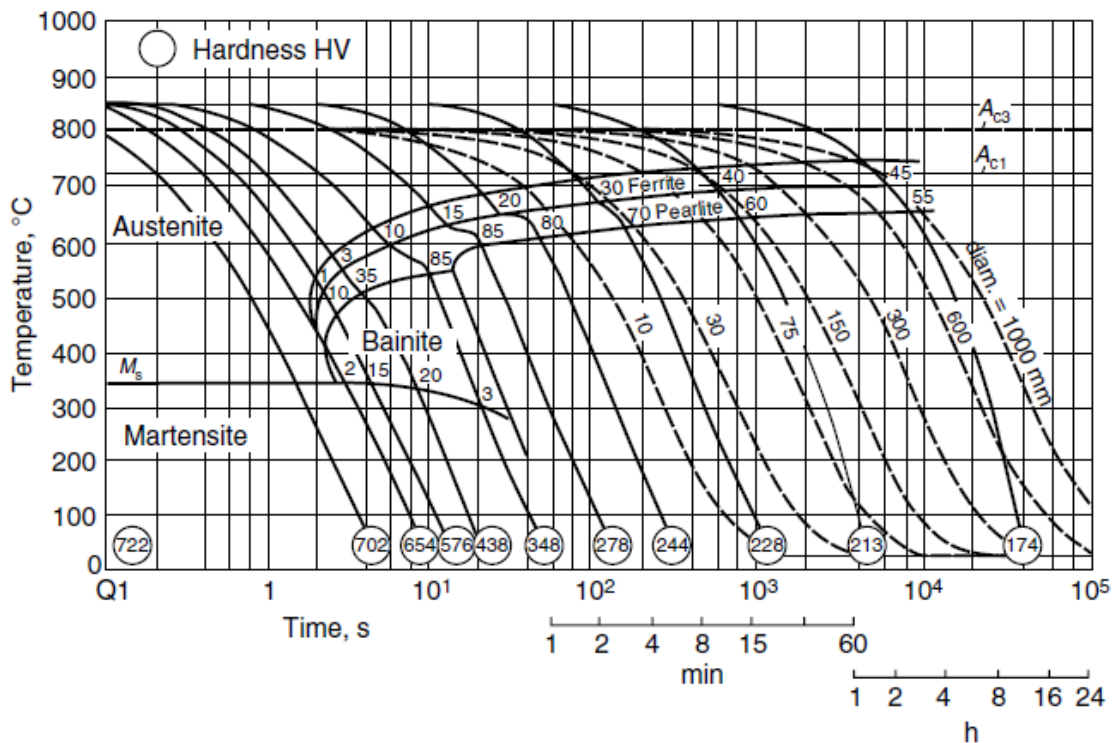


Figure IV.2 : diagramme de refroidissement de l'acier XC45 [92].

### IV.2.2. Traitement de revenu

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.

Après le traitement de trempe à 850°C, les échantillons ont subi un traitement de revenu à 600°C pendant un temps de maintien de deux heures (2h), le refroidissement étant à l'air, (voir Figure IV.3.)

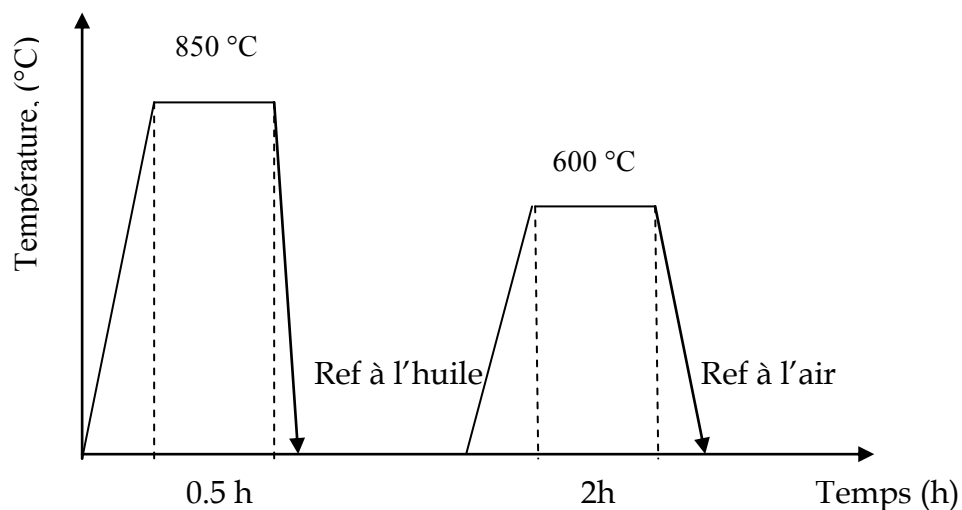


Figure IV.3 : Cycle du traitement d'amélioration (Trempe + revenu).

### IV.2.3 Nitruration en bains de sels

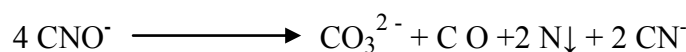
Les bains industriellement utilisés sont des bains à base de cyanures et de carbonates aérés par insufflation d'air.

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

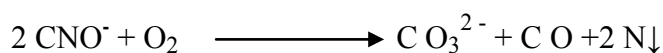
Cyanate :  $36 \pm 2$  % ; Carbonate :  $19 \pm 2$  % ; Cyanide : environ 0.8 %.

L'élément nitrurant est le Cyanate  $\text{CNO}^-$  qui se décompose suivant une double réaction de dismutation et d'oxydation.

- Réaction de dismutation



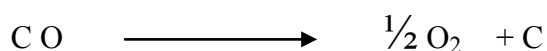
- Réaction d'oxydation





L'oxygène est apporté à la surface par l'air ambiant et par l'air comprimé introduit dans les bains.

Il s'y ajoute une réaction de carburation par le monoxyde de carbone produit.



L'essentiel des cyanures produits au cours de la réaction de dismutation est reconverti en cyanate directement par oxydation :



L'épuisement des cyanates abouti à la formation de carbonates qu'il faut reconvertir en cyanates par régénération à l'aide d'un sel spécial dont la nature exacte constitue le savoir faire des procédés commercialisés sous les marques : SURSULF et TENIFER (TF 1).

Le principe est d'utiliser un composé du type amine, comme l'urée, qui donnerait la réaction :



Cette réaction doit être contrôlée de façon à limiter les teneurs en vapeur d'eau et en ammoniac dans le bain.

La vapeur d'eau conduit à une augmentation du pouvoir oxydant du bain avec une tendance à former des oxydes avec les sels, entraînant une pollution du bain et une mauvaise qualité des couches (porosité importante).

L'ammoniac  $\text{NH}_3$  augmente le pouvoir nitrurant du bain mais favorise la croissance rapide des couches avec formation des porosités.

Donc la nitruration en bain de sel provoque à la surface en contact avec des sels la formation de pores, bien que leurs présence n'est pas nécessairement un inconvénient car elles favorisent la sustentions du film d'huile en frottement lubrifié et facilitent le rodage, toutefois une proportion trop importante de porosités réduit la résistance à l'usure et rend la couche fragile. Cependant, le principal problème pour cette technique est le traitement des déchets et des effluents, et par conséquent elle entraîne une discontinuité de la couche nitrurée et une dégradation des propriétés de corrosion [88].

Dans notre cas, les échantillons subissent une nitruration au niveau des Ateliers du Complexe Moteurs - Tracteurs (CMT) - Constantine.

Les échantillons ayant subit une trempe à 850 °C et un revenu à 600 °C (traitement d'amélioration) ont été préchauffés à 350°C ensuite suspendus à l'aide de petits paniers dans le bain liquide à une température de 580°C à des temps de maintiens allant de deux heures (02h) jusqu'à six heures (06 h). Par la suite, ils ont été refroidis dans un bain d'huile et lavés dans une eau alcaline afin d'éliminer tous les résidus de sels.

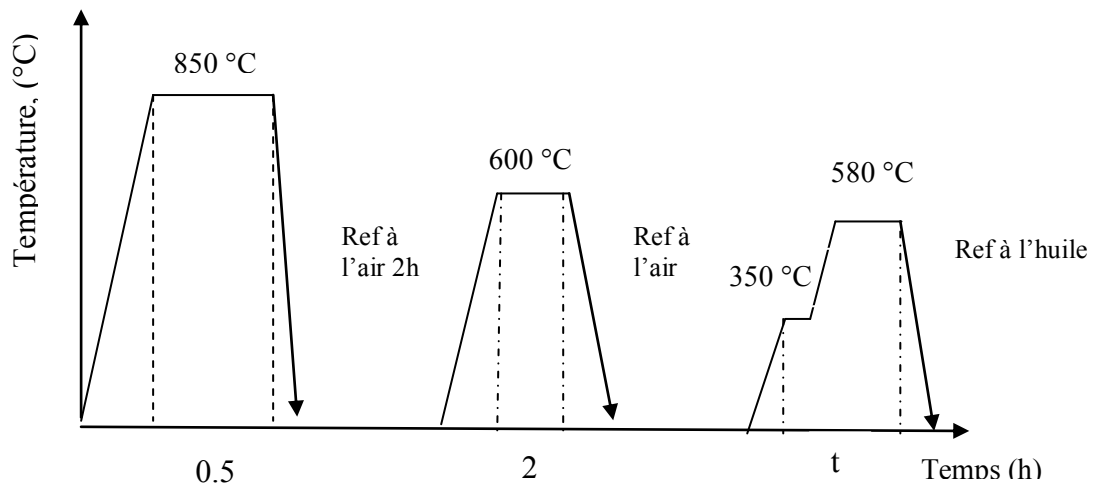


Figure IV.4 : Cycle du traitement thermique de Nitruration

#### IV.2.4. Traitement de cémentation

Les échantillons ont été chauffés à 930°C, à des temps de maintiens allant de deux heures (02h) jusqu'à six heures (06 h) avec un pas de 02 heures. Puis refroidis à l'aire pendant 2 heures, ensuite chauffés à 850°C pendant 30min puis refroidis à l'huile, et enfin chauffés à 200°C pendant 2 heures et refroidis à l'air.

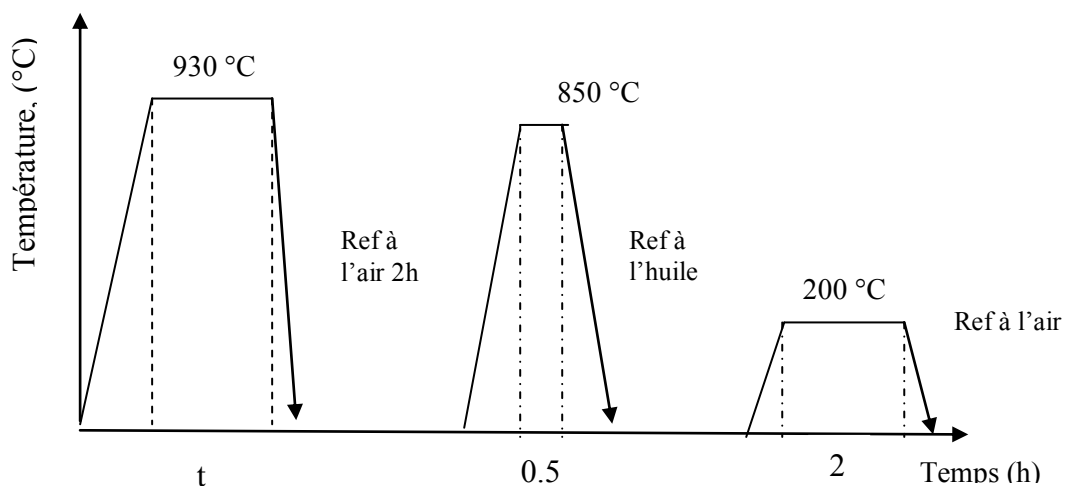
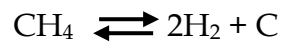


Figure IV.5 : Cycle thermique de cémentation

## IV.2.4.1 Cémentation gazeuse



Le but de ce double traitements : diffusion et durcissement par trempe est d'obtenir à la surface de l'acier une couche de 0.3 à 2 mm d'épaisseur, à haute teneur en carbone (généralement comprise entre 0.6 et 0.9%) ayant une structure essentiellement martensitique de grande dureté (700 à 900 Hv en surface) présentant des contraintes résiduelles de compression élevés avec une structure au cœur de dureté (400 Hv) et présentant une bonne caractéristique de ténacité.

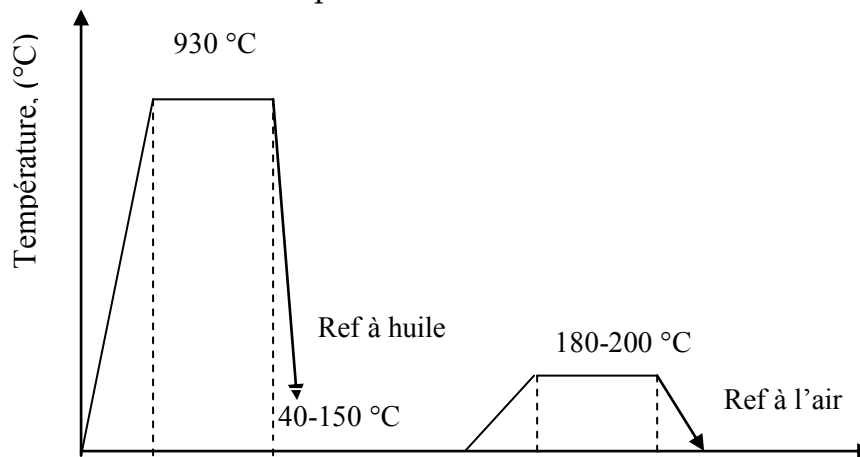


Figure IV.6 : Cycle thermique de cémentation gazeuse

Le revenu de détente réduit les tensions de trempe mais n'affecte plus la dureté superficielle. Les contraintes résiduelles peuvent être traitées par grenailage après cémentation dans le but de les transformer en contraintes de compressions en surface.

L'acier utilisé pour les TTH de cémentation est l'acier « XC45 » dont la composition chimique est donnée dans le (tableau III.1). Pour étudier l'influence du carbone, quatre traitements de cémentation conduisent à des teneurs visés en surface de 0.7 à 1 % du carbone, ont été choisis. La cémentation est effectuée à 920 - 930 °C pour des durées de traitement respectivement de 2H, 3H, 4H et 6H, pour former une couche de cémentation d'environ de 1-2 mm, pendant le maintien à la température de cémentation le carbone pénètre vers l'intérieur de la pièce par diffusion. L'épaisseur de la couche cémentée toutes conditions étant égales par ailleurs est d'autant plus grande que la concentration de l'élément diffusant à la surface du métal est plus forte, d'où la nécessité d'augmenter le temps de maintien dans le cas où la concentration en carbone à la surface vaut 0.7% pour l'obtention d'une même profondeur de cémentation.

La cémentation à la température 920 -930 °C dans le domaine austénitique se justifie par une grande solubilité du carbone comparativement au domaine ferritique.

le milieu de trempe utilisé est l'huile chaude à des températures 60 °C - 140°C respectivement pour les teneurs en carbone en surface de 1 à 0.7 % ce qui confèrent à la couche une structure martensitique et au cœur une structure plutôt bainitique en outre, ces deux traitements favorisent une rétention d'austénite voisine est vérifiable selon KOISTINEN ET MARBURGER [29].

#### IV.2.4.2 Profile de concentration en carbone :

Un échantillon cémenté se comporte comme un véritable matériau composite formé d'une succession de fine couche que l'on pourrait désigner par 100 % carbone avec le pourcentage de carbone variant de la concentration de carbone de surface ( $C_s$ ) à la concentration initiale des matériaux (0.4 %). Le profile de concentration peut se calculer à partir de la loi de FICK et de la connaissance de la diffusion du carbone dans le domaine gamma ( $\gamma$ ).

L'évolution de la microstructure est relié à la température de début de transformation martensitique  $M_s$  qui varie avec la composition de l'acier étudié, elle est à fonction dans le cas de la cémentation du profil de concentration de carbone voir figure IV.7

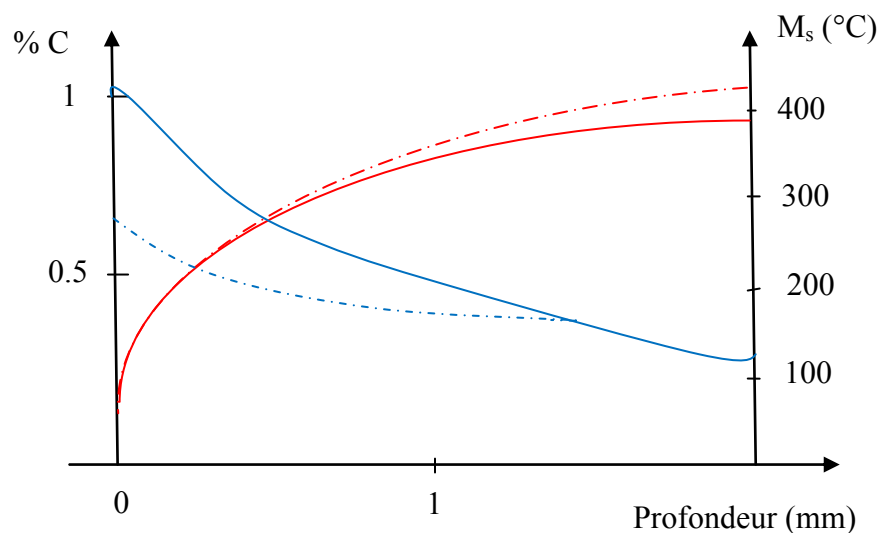


Figure IV.7 : variation du pourcentage du carbone et de  $M_s$  en fonction de la profondeur de cémentation [89]

## IV.2.4.3 Microstructure

La détermination théorique peut se faire à partir du diagramme TRC de l'acier étudié. Dans le cas de la cémentation, le diagramme évolue avec le pourcentage en carbone, Avec l'augmentation du pourcentage du carbone on constate la diminution du  $M_s$  et le déplacement des nez bainitique (voir Figure IV.8).

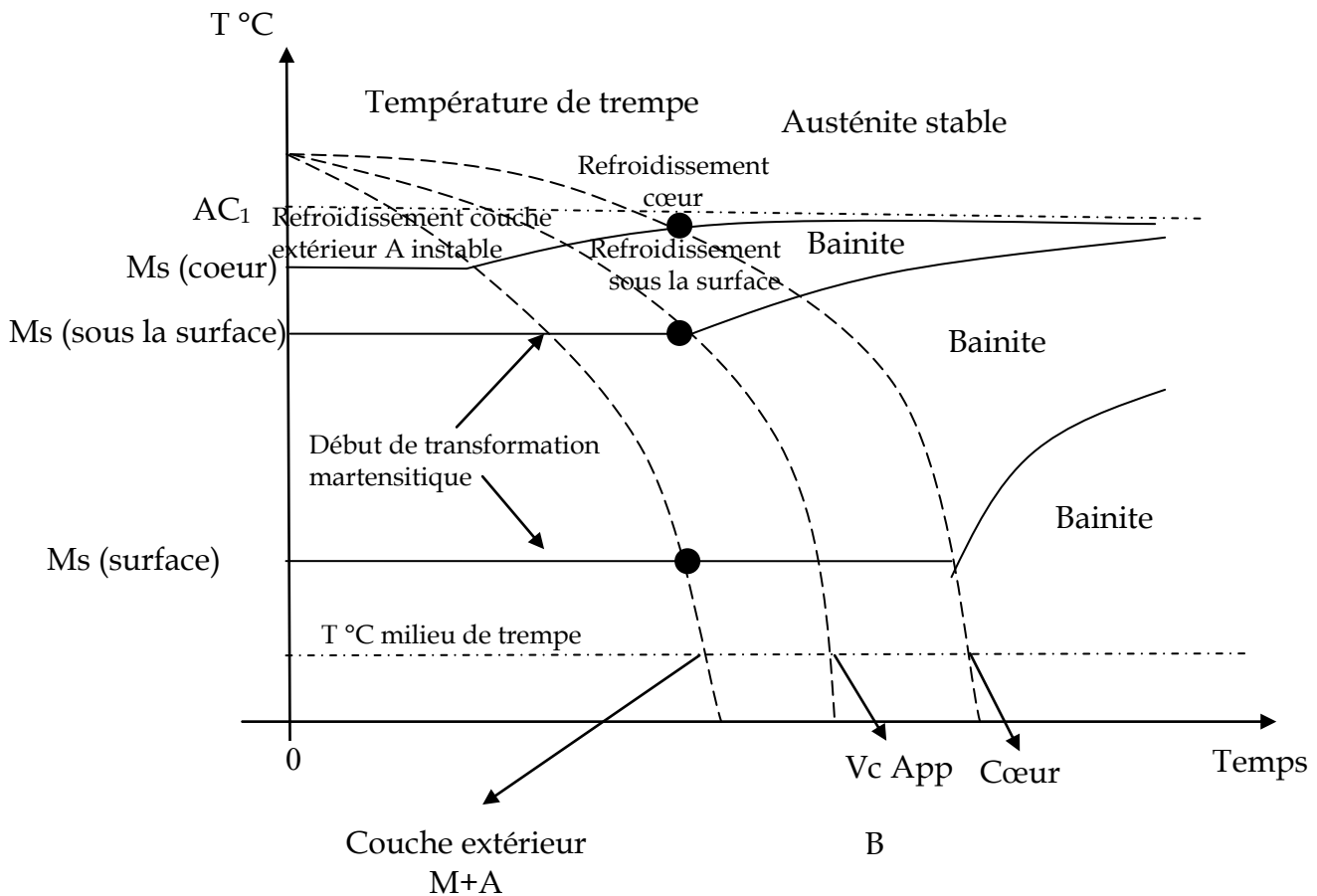


Figure IV.8 : Schématisation des couches de transformation de l'acier étudié [89].

Lorsque l'on trempe la pièce (milieu huile  $T^{\circ}\text{C}$  60 à 140) la couche extérieure qui se refroidit très rapidement passe à l'état martensitique, le cœur de la pièce dont la vitesse de refroidissement est inférieure à la température de transformation martensitique supérieure se transforme en bainite (agrégat de ferrite et carbone mal définie).

L'apparition de bainite est reliée essentiellement au pourcentage de carbone, à la vitesse de refroidissement et à la température du milieu de trempe. La connaissance précise de ce domaine est difficile par la construction de diagramme TRC lié à la teneur en carbone et la mesure exacte de la vitesse de refroidissement, ce qui nous laisse s'attendre à ce que l'apparition de la bainite se forme plus en profondeur au fur et à mesure que le temps de cémentation augmente (augmentation du pourcentage de carbone).

Dans cette différence des vitesses de refroidissement et des teneurs en carbone pour un même matériau, nait donc une hétérogénéité de la composition ce qui confère au matériau des caractéristiques mécaniques différentes entre cœur et couche.

### **IV.3. Techniques expérimentales utilisées**

#### **IV.3.1. Microscopie optique**

Pour mettre en évidence les microstructures des échantillons traités thermiquement et thermochimiquement, nous avons procédé à un examen métallographique sur un microscope optique de type LEIKA utilisant des grossissements allant de 50x à 1200x.

L'observation a été faite sur des échantillons découpés, enrobés et ensuite polis en utilisant du papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine (grade 240 - 320 - 400 - 600 - 800 - 1000 - 1200-2400) .

Après finition à l'alumine (1  $\mu\text{m}$ ), les échantillons sont attaqués chimiquement à la surface en utilisant du Nital 3% (3 ml d'acide nitrique dans 97 ml d'alcool éthylique).

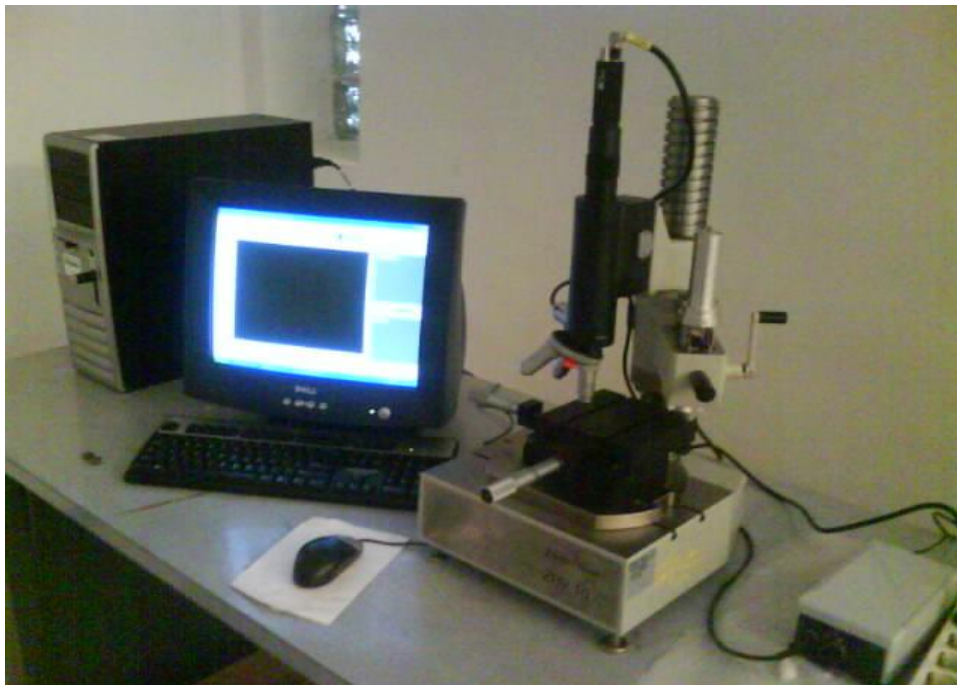


Figure IV.9 : microscope optique (laboratoire métallurgie, Annaba)

### IV.3.2. Dureté Vickers

Le profil de microdureté Vickers des couches a été effectué sur un microduromètre de type Zwick Rowell sous une charge de 50 grammes. L'essai a été réalisé sur des échantillons découpés, enrobés à chaud, ensuite polis et attaqués chimiquement. Tandis que les mesures de duretés des autres échantillons ont été effectuées sur un microduromètre de type Zwick Rowell de l'unité ArcélorMittal Annaba



Figure IV.10 : Microduromètre (laboratoire métallurgie Annaba)

### IV.3.3 Diffraction des rayons X et identification des phases :

La diffraction X est habituellement utilisée pour l'analyse des revêtements durs, les couches nitrurées, cémentées à cause de son caractère non destructif et sa simplicité.

La diffraction X effectuée sur les différents échantillons étudiés vise la détermination des phases en présence dans les différentes couches superficielles obtenues par traitement thermochimique.

La caractérisation par DRX a été réalisée sur un diffractomètre de l'Université de M'sila. L'anticathode (source de rayons X) utilisée est en cuivre Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 0,154$  nm), l'identification des différentes phases a été faite en se servant des fiches ASTM (PDF, ICDD).

### IV.3.4. Mesure de la rugosité

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'étude de la variation de l'état de surface des échantillons avant et après différent traitement, et en cour de test d'usure.

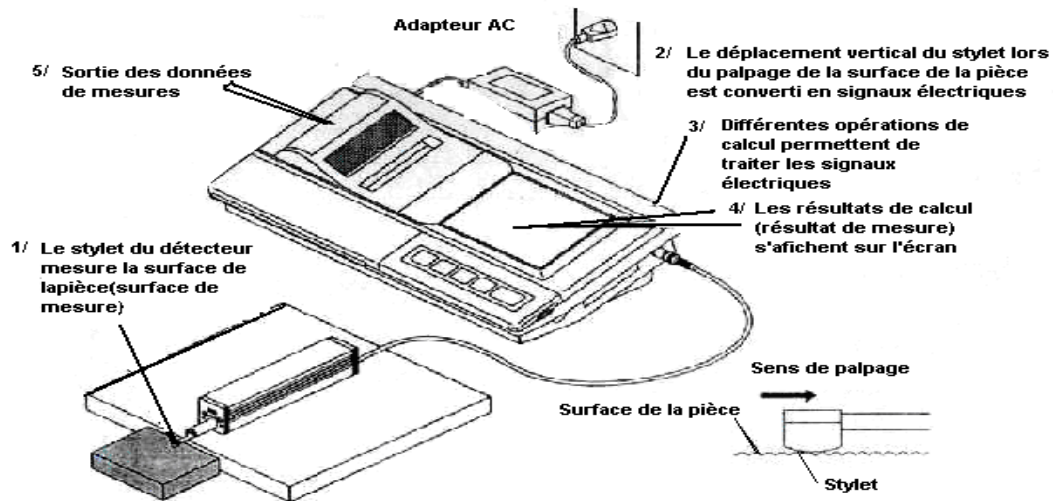


Figure IV.11 : Schéma du Rugosimètre (type Mitutoyo SurfTest SJ-301)

[laboratoire métallurgie Annaba ].

### IV.3.5. Test d'usure par abrasion

Dans le but d'étudier le comportement des matériaux à l'abrasion, on utilise le test d'usure : perte en masse en fonction du parcours de glissement.

#### IV.3.5.1. Dispositif expérimental et les conditions d'essai

Le dispositif utilisé est composé d'un système porte échantillon fixé sur une polisseuse à vitesse variable figure IV.12

Les paramètres pris en considération sont :

- charge appliquée aux échantillons est de (3.5N) ;
- vitesse angulaire (20 tours/minutes) calibré par tachymètre à laser ;
- Granulométrie du papier en carbure de silicium ( grade 1000).

la perte en masse est mesurée après chaque parcours de 10 m en utilisant une microbalance électronique dont la précision de mesure est de l'ordre de  $10^{-3}$  g.

les échantillons sont nettoyés avec de l'acétone avant chaque prise de poids.

La perte en masse absolue a été déterminée selon la relation suivante:

$$\Delta P = P_0 - P_i$$

Où  $P_i$  le poids mesuré après chaque parcours d'usure et  $P_0$ , étant le poids initial.

Le parcours X est déterminé comme suit :



$$X = \frac{V}{\tau} \text{ (m)}$$

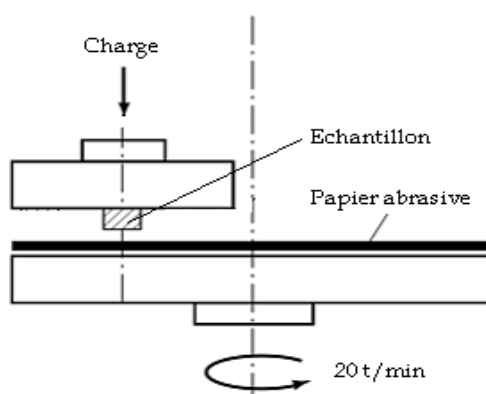


Figure IV.12 : Dispositif expérimental d'usure

### IV.3.6. Essai de corrosion électrochimique

#### IV.3.6.1. Corrosion humide

L'essai électrochimique a été réalisé à l'aide d'une chaîne électrochimique (figure IV.15) qui comprend :

- une unité de traitement informatique dotée d'un logiciel permettant de tracer la courbe de polarisation et de déterminer la vitesse, le courant et le potentiel de corrosion.
- un montage à trois électrodes comprend une cellule en verre dans laquelle sont immergés :

- l'échantillon (électrode de travail)
- Une électrode de référence (électrode au calomel saturé ECS),
- Contre électrode en platine.

La chaîne est reliée à un potentiostat - galvanostat de type EGG modèle M273 A. Les essais ont été effectués dans un milieu (solution de  $H_2SO_4$  à 0.1 N), préparé à partir d'une solution mère de pureté 96 % et de densité 1.84 l'homogénéisation de la solution est assurée par un système d'agitation magnétique de 250 tours / minute.

Un potentiel imposé entre l'électrode de travail et l'électrode de référence (ECS) variant entre -0.5 V (potentiel de départ) et +2.5 V (potentiel final) et une vitesse de balayage en tension de l'ordre de 1 mV/ S.

### IV.3.6.2. Étude des différents états du matériau par les méthodes électrochimiques stationnaires

Les méthodes électrochimiques stationnaires telles que : l'évolution du potentiel d'abondons en fonction du temps, la mesure du  $R_p$  et le tracé des courbes de polarisations, nous informe sur les processus de dégradation mis en jeu ainsi que les cinétiques de diffusions des espèces à travers l'interface. Après une étude du substrat à l'état de réception, cette technique sera appliquée aux échantillons ayant subi différents traitements thermochimiques.

Les échantillons ont été préparés pour les essais électrochimiques à savoir : tracé des courbes  $\log(i)=f(E)$ , mesure de la résistance de la polarisation  $R_p$  et le suivi du potentiel d'abondons en fonction du temps.

La possibilité de mesurer le potentiel de corrosion et l'indication qu'il y a une perméabilité suffisante pour permettre un mouvement des échanges à travers l'interface.

L'existence d'un potentiel de corrosion suggère également qu'une phase aqueuse est présente à l'interface métal/solution.

La technique électrochimique principale utilisée est présentée par les figures (IV.15 et IV.16).

### IV.3.6.3. Mesure potentiel -temps

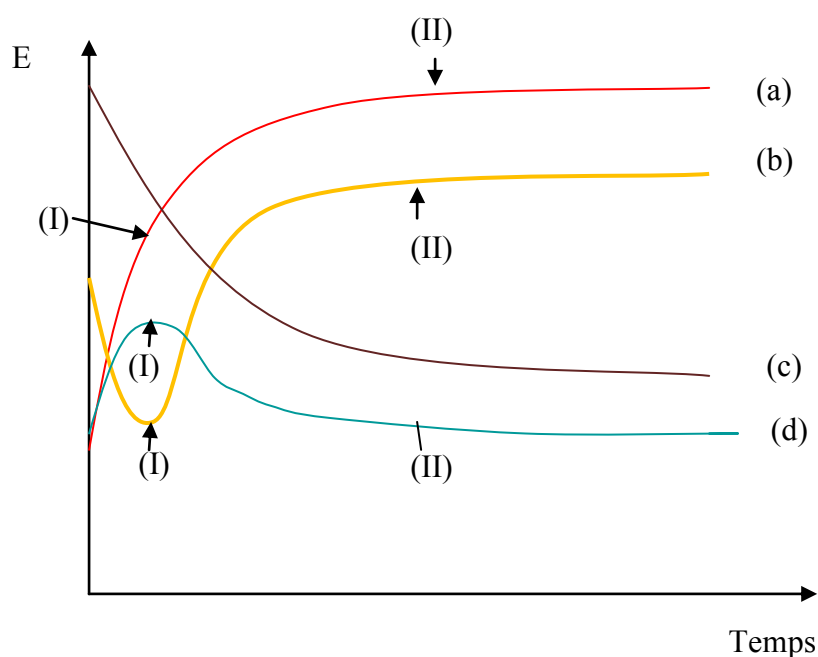


Figure IV.13 courbes types de corrosion

- a) Métal actif (I) se corrode rapidement à l'immersion se finis par se passiver (se comporter en métal noble).
- b) (I) Métal attaqué se finis (II) par se passiver.
- c) Corrosion uniforme, initialement passif (recouvrement d'un film protecteur), devient active après dissolutions du film protecteur.
- d) Métal a tendance à ce passiver (I) en (II) la couche protectrice se détruit, et le potentiel croit.

**Conclusion :**

Si  $E = f(t)$  diminue, on note l'augmentation de la surface anodique et la diminution de la surtension anodique due à l'évolution d'une dépolarisation anodique du système de film passif.

Si  $E = f(t)$  augmente, il ya renforcement de la couche protectrice (diminution de la surface anodique).

## IV.3.6.4. Préparation de l'électrode de travail

Pour notre étude, nous avons utilisé des échantillons de surface de  $0.7\text{cm}^2$ , reliés par un fil conducteur (Fil électrique  $\Phi$  2.5 mm<sup>2</sup>) couvert par une matière isolante (plastique). Chaque échantillon est enrobé à froid par une résine synthétique.



Figure IV.13. Schéma d'un échantillon enrobé (électrode)

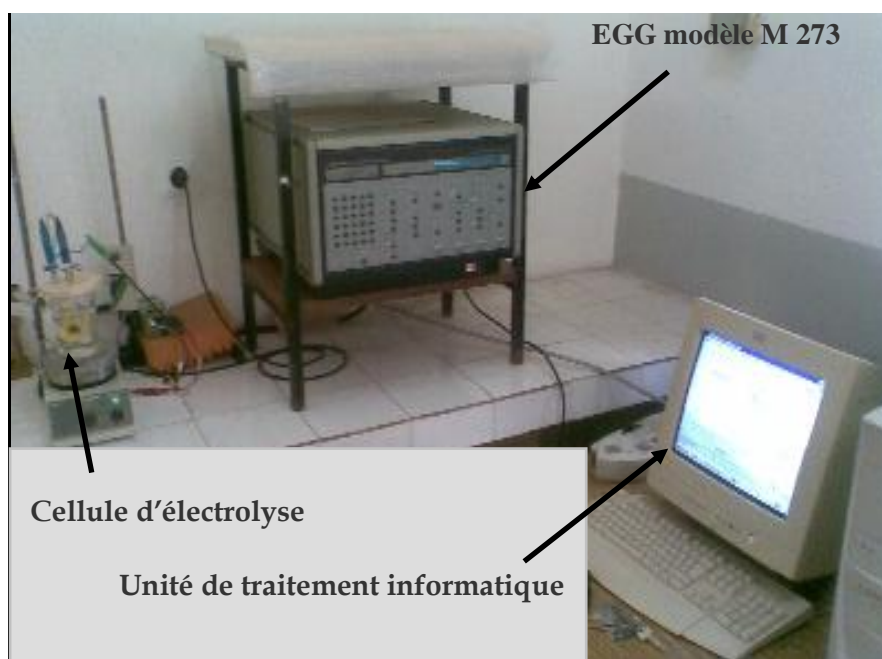


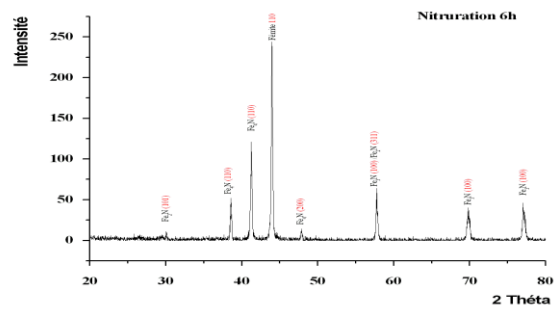
Figure IV.15 : Essai de corrosion électrochimique (laboratoire métallurgie, Annaba)



Figure IV.16 : Cellule d'électrolyse

## CHAPITRE V

### RESULTATS ET DISCUSSION



## V.1. Microstructure des couches :

### V.1.1 Microstructure des couches nitrurées

Les échantillons subissant une trempe à 850°C et un revenu à 600°C ont été préchauffés à 350°C ensuite immergés dans le bain liquide à une température de 580°C, à des temps de maintien allant de deux heures (02h) jusqu'à six heures (06 h).

Par la suite, ils ont été refroidis dans un bain d'huile et lavés dans une eau alcaline afin d'éliminer tous les résidus de sels.

Ce traitement donne les structures représentées sur les Figures V.1.

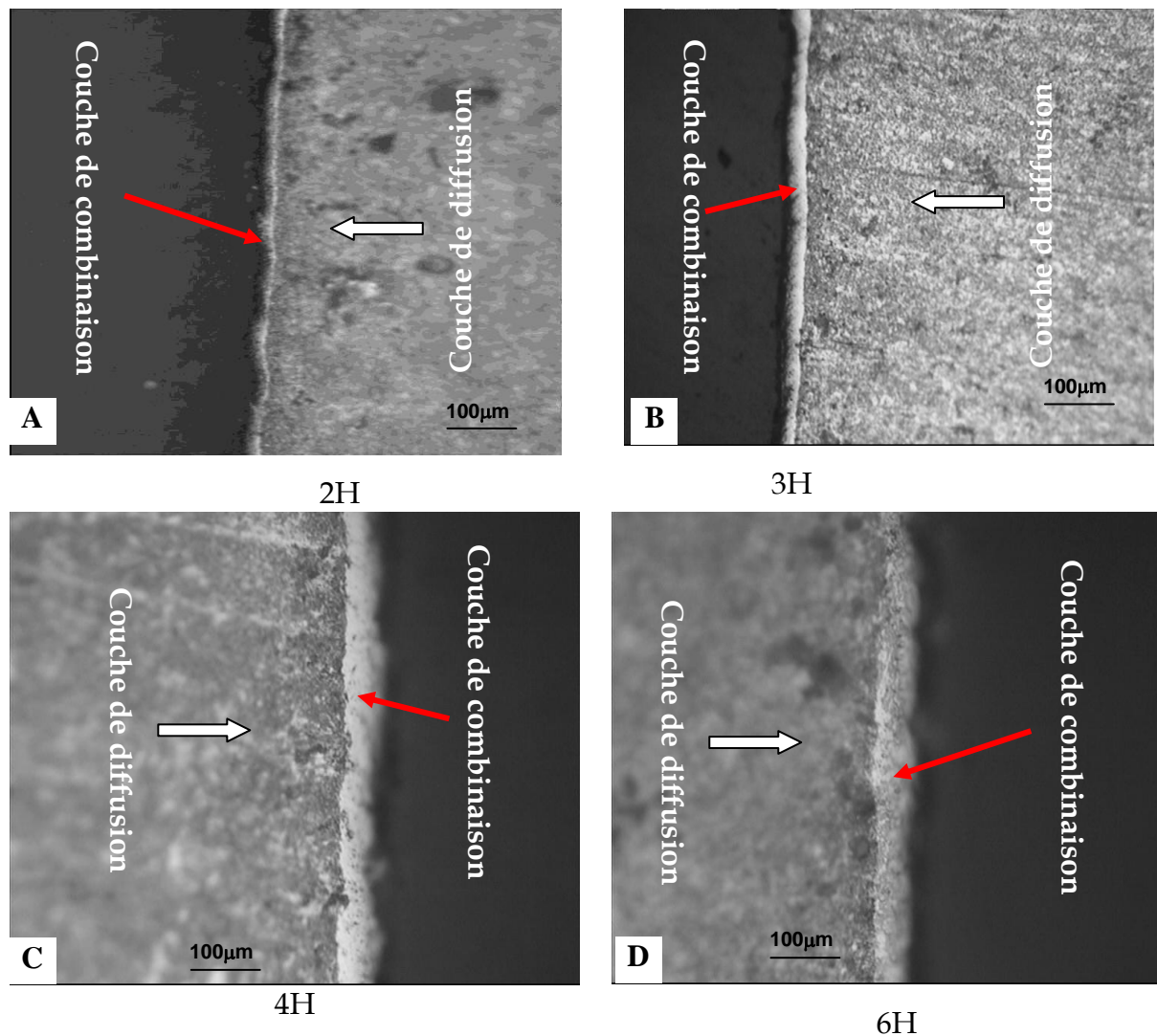


Figure V.1 : les Micrographies des couches nitrurées

D'après les micrographies présent des échantillons nitrurés à la température de 580 °C pendant 2, 3, 4 et 6 heures, on note une succession de couches depuis la surface.

- A l'extrême surface une couche qui apparaît en blanc dite couche blanche ou bien couche de combinaison.

On observe que c'est une couche biphasée très poreuse à la surface, elle est composée de nitrures de fer  $\epsilon$  et  $\gamma'$  dont l'épaisseur varié en fonction du temps de maintien en bain.

- Une couche de diffusion (intermédiaire entre la surface et le cœur).
- Le substrat avec une structure de revenu.

Le spectre de R.X présenté à la figure V.2 confirme la présence des nitrures  $\text{Fe}_4\text{N}$  et  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$  en plus de la ferrite qui correspond au pic le plus intense relatif au substrat (condition de diffraction normale).

La métallographie montre un mélange de bainite et martensite en latte.

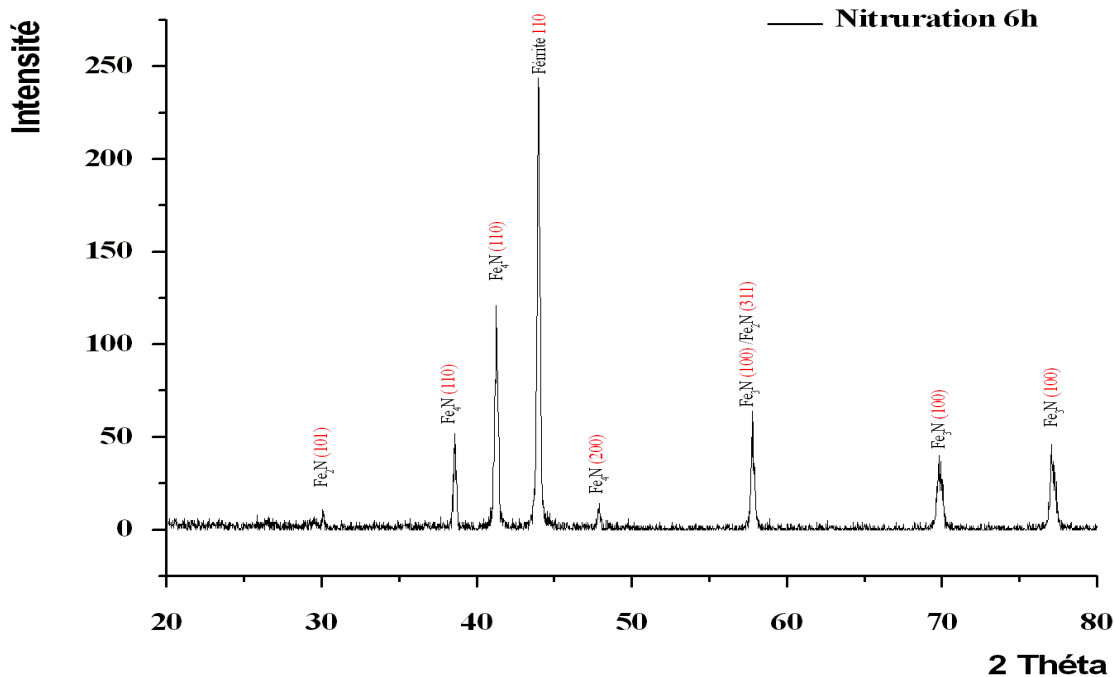
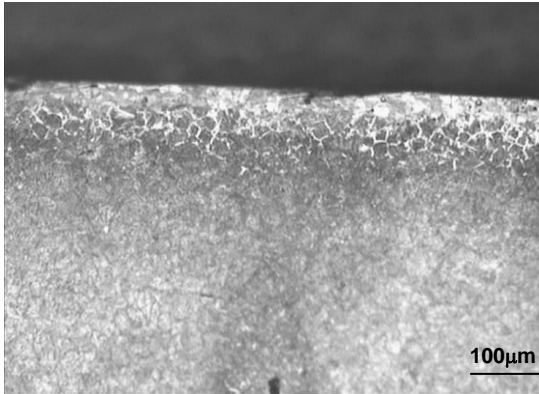


Figure V.2 : Spectres de diffraction Rayon X d'échantillon nitruré 6h

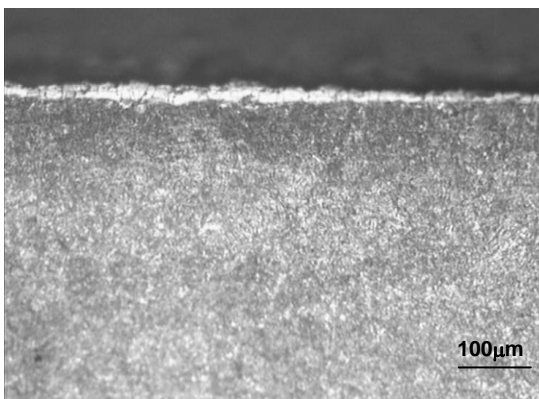
**V.1.2 Microstructure des couches cimentées :**

Les échantillons ont été chauffés à 930°C est cimentés à des temps de maintien allant de deux heures (02h) jusqu'à six heures (06 h).

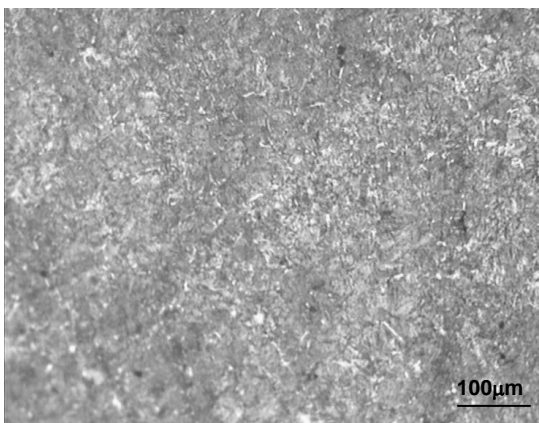
Après ce traitement, on a obtenu les structures représentées sur les Figures V.3.



A. échantillon cimenté 2h (1mm du bord)



C. échantillon cimenté 4h (0.5 mm du bord)



E. échantillon cimenté 6h (au bord)

**Figure V.3 Microstructure des couches cimentées**



### V.1.2 .1 Analyse de la structure après cémentation par microscope optique :

Les observations ont été réalisées sur une section de l'échantillon préalablement polie et attaquée au Nital (3%). La figure V.3 nous montre l'évolution de la microstructure en fonction de la profondeur. Les métallographies sont prises à plusieurs endroits (0.5, 1, 1.5 mm et le cœur) de façon à mettre en évidence la couche cémentée au bord de l'échantillon, la zone intermédiaire et le substrat (le cœur).

Les différentes structures révèlent :

À la surface une structure austénite-martensite, où la martensite se présente généralement sous de formes, soit en latte, soit en aiguilles.

Le diagramme fer-cémentite incomplet extrait de la bibliographie [89] définit les différents domaines où la martensite apparaît sous diverses formes.

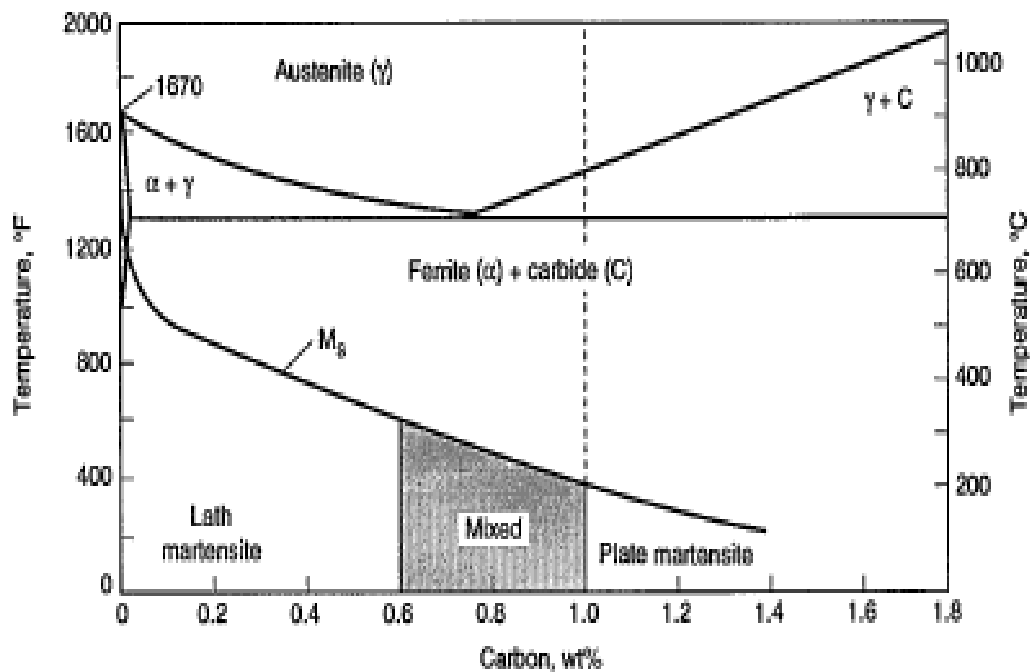


Figure V.4 : aspect de la martensite en fonction de la teneur en carbone [89]

Au cœur au de là de 1.5 mm, on distingue une structure de bainite supérieure (agrégat de ferrite et de carbone mal défini), elle se caractérise par des plages blanches dans les quelles ont précipité de longs carbure de couleur plus foncés( $\text{Fe}_3\text{C}$ ).

A des positions intermédiaires entre l'extrême surface et le cœur, martensite, austénite et bainite se confondent. Pour une meilleure définition des différents constituants, le MEB aurai été un outil indispensable.

La diffraction au R.X d'un échantillon cémenté pendant un temps de 6h confirme la présence de la ferrite en pics intenses (martensite et bainite), et carbures de fer  $\text{Fe}_2\text{C}$ ,  $\text{Fe}_3\text{C}$  (les cémentites).

En plus de ces constituants, ont note l'existence des oxydes de fer de type  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  d'après quelques pics du spectre voir figure V.5.

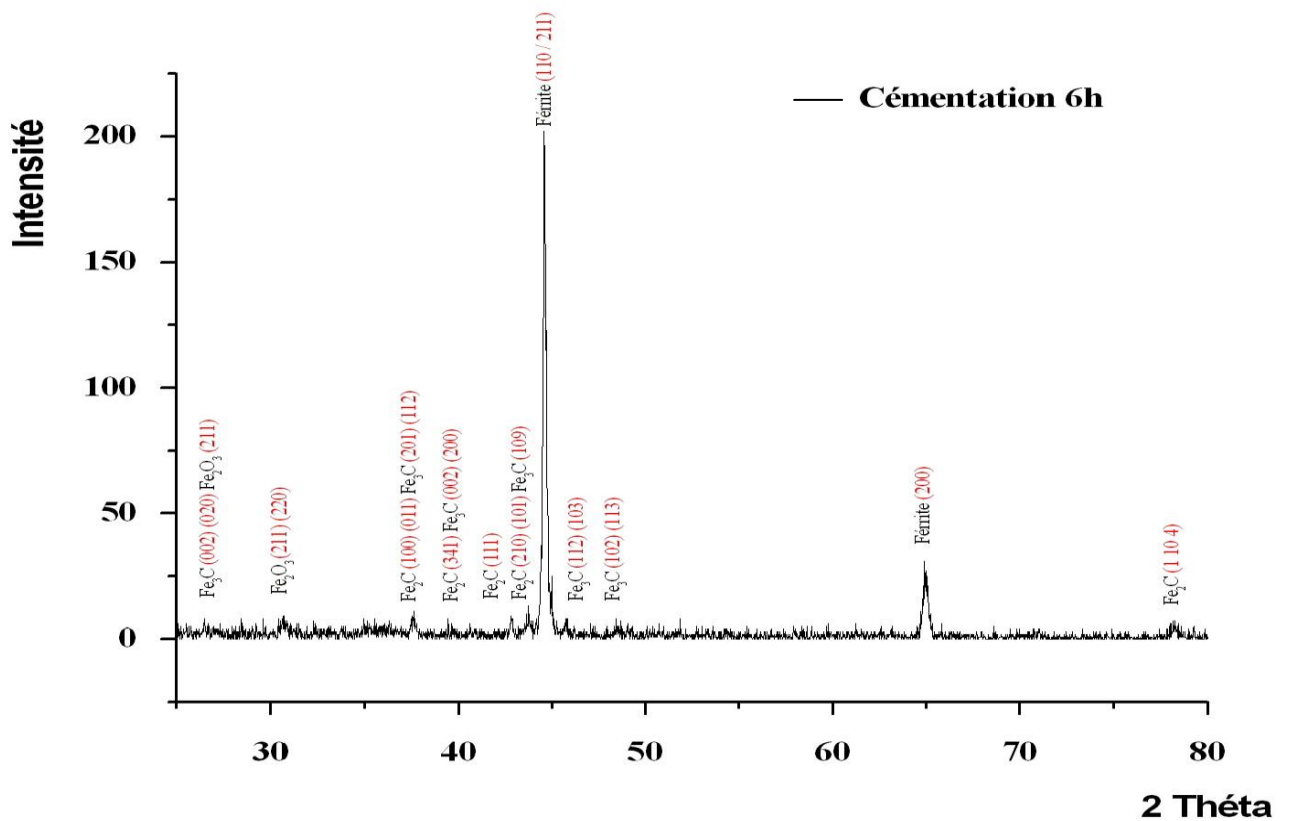


Figure V.5 : Spectres de diffraction Rayon X d'échantillon cémenté 6h

### V.1.3 Microstructure des couches après trempe et revenu :

Après le traitement de trempe à 850°C, nous avons fait subir aux échantillons un traitement de revenu à 200°C pendant un temps de maintien de deux heures (2h) suivi d'un refroidissement à l'air, la micrographie correspondante est représentée à la figure V.6.

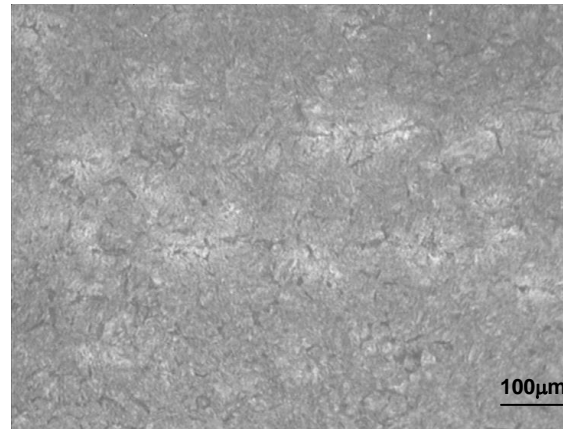


Figure V.6 Micrographie après traitement trempe et revenu

Le spectre de R.X confirme l'existence de la ferrite (martensite et bainite) pics intenses en plus de quelque pics correspondent à la cémentite.

A notre avis, il y a une précipitation d'une faible quantité de  $Fe_3C$  au cours de refroidissement

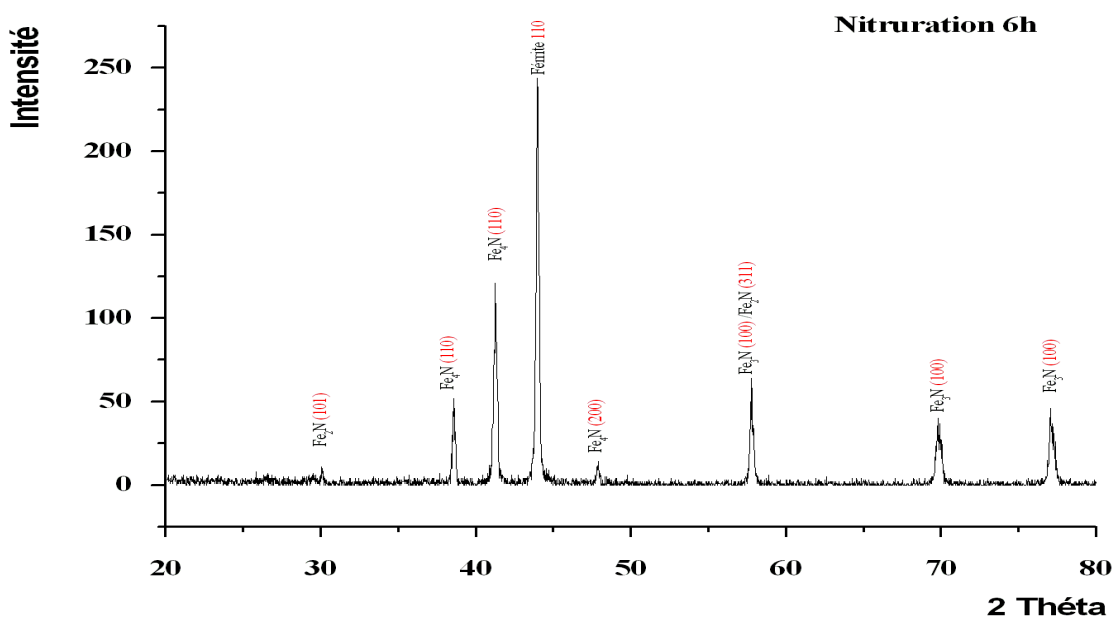


Figure V.7 : Spectres de diffraction Rayon X d'échantillon traité TTH

## V.2. Profils de Microdureté :

### V.2.1 Profils de Microdureté des échantillons nitrurés :

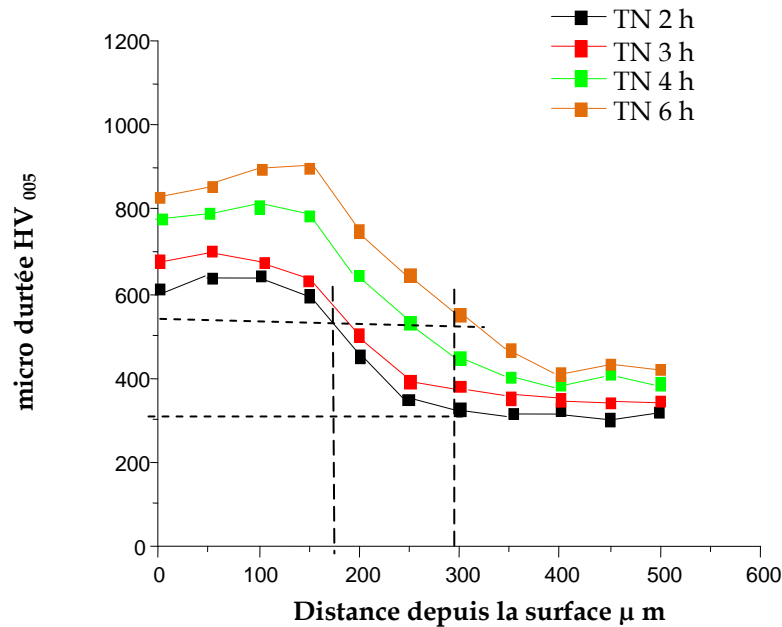


Figure V. 8 : Profil micro dureté des échantillons nitrurés

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 en bain.

On note une dureté superficielle de l'ordre de 600 Hv pour un temps de 2 h et qui passe jusqu'à environ 900 Hv à 6h de maintien. Cette dureté diminuée depuis la surface vers le substrat.

L'épaisseur de la couche nitrurée peut être tirée à partir des profils, en augmentant la dureté de substrat de 100 Hv, l'abscisse correspondante c'est-à-dire la distance nous donne l'épaisseur de la couche.

Pour un temps de maintien de 2h elle est de l'ordre de 200 μm et après 6h elle devient à peu près 300 μm.

### V.2.2 Profils de Microdureté cémentation

Dans notre cas l'évolution de la dureté globale est une fonction du pourcentage de carbone, de la vitesse de refroidissement et de la composition chimique, la figure V.10 montre l'évolution comparée de la dureté et du profil de concentration du carbone.

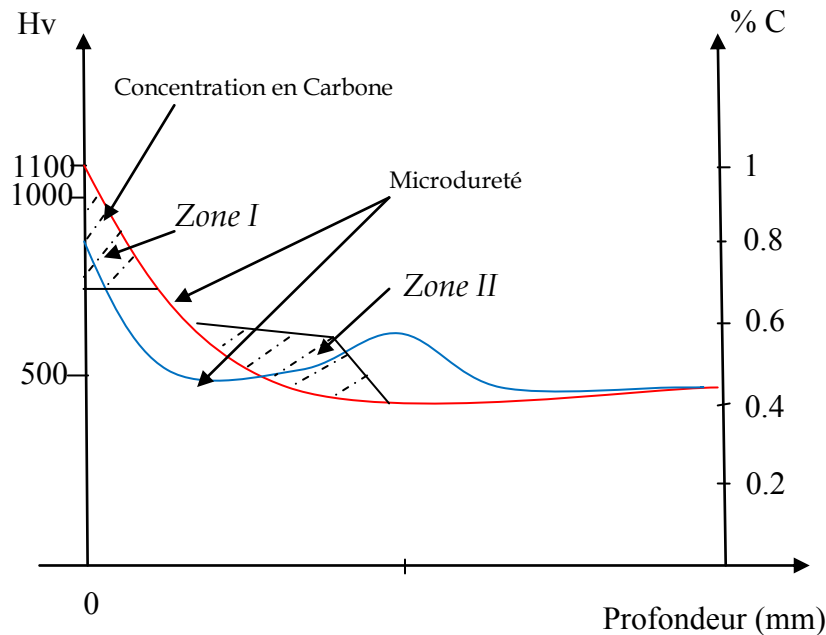


Fig V.9 : évolution comparée de la microdureté et de profil de concentration en carbone [89].

On distingue deux zones où la filiation de dureté s'écarte du profil de carbone :

En extrême surface (zone I) de la couche cémentée due à la présence de l'austénite et de la martensite.

En Zone II en profondeur une diminution de pente de la courbure représente la microdureté en fonction de la profondeur probablement liée à l'apparition de la bainite.

Une corrélation entre microdureté et microstructure est difficile du fait de la faible définition des microstructures. Néanmoins, on constate sur la figure V.10, qu'une modification de structure induit une variation de dureté dans les deux zones indiquées. En surface, la modification des proportions relatives des phases austénite et martensite diminue la dureté, plus à la profondeur (a).

La stabilité de la dureté est probablement liée à la présence de la bainite qui, par son degré de sursaturation en carbone, augmente globalement la dureté par rapport à une structure (austénite plus martensite).

Au cœur, la dureté mesurée est supérieure à celle d'une constitution Ferrite-perlite ce qui prouve la présence d'une structure bainitique formée au cours de la trempe.

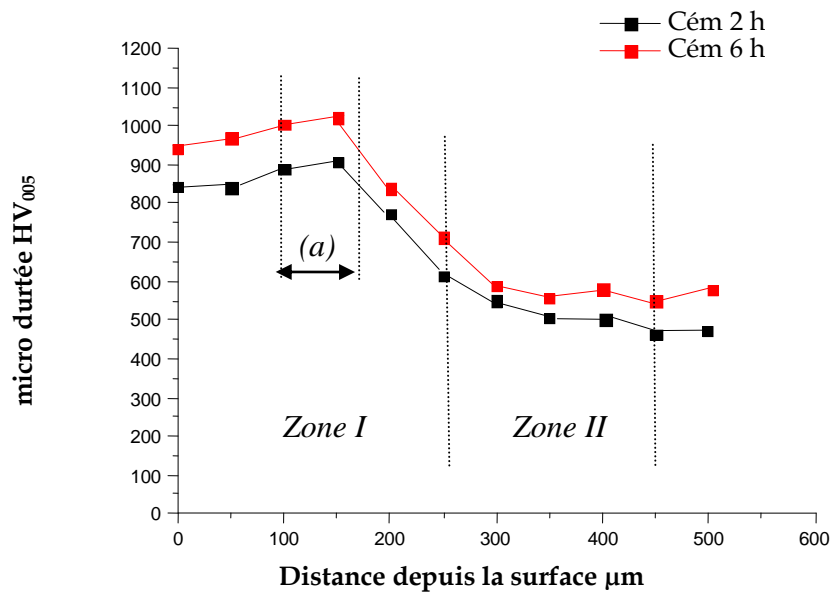


Figure V. 10 : Profil micro dureté des échantillons cimentés

## V.2.3 Comparaison entre les profils de microdureté :

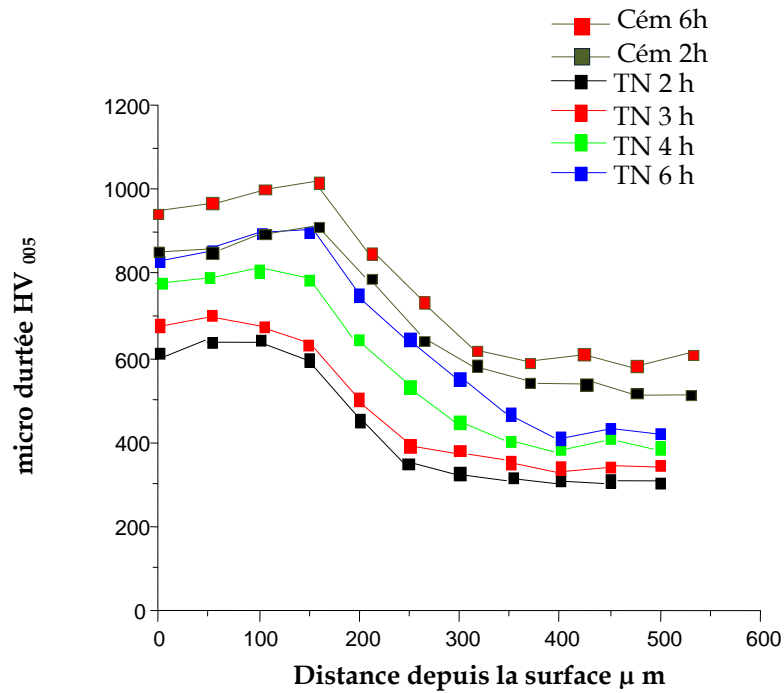


Figure V. 11 : Comparaison entre profils de microdureté

La figure V.11 : Englobe des différents profils de Microdureté en fonction de la profondeur cémentée et nitrurée pour différents temps de maintien.

La superposition des courbes nous permet de conclure que la dureté meilleure (plus élevée) correspond à un traitement de cémentation 6h ce qui est dû probablement à la présence des oxydes de fer très dur en surface.

Les résultats correspondant à l'état nitruré 2h sont les plus faibles. Cela est dû probablement à la couche de nitruration (Blache + diffusion) qui se forme après 2h : non épaisse et moins poreuse.

### V.3. Comportement tribologique des couches

Pour mieux comprendre le comportement de la résistance à l'usure des matériaux traités thermiquement (trempe et revenu), nitrurés et cémentés, on utilise le test d'usure par abrasion.

#### V.3.1. Usure par abrasion des couches traitées thermiquement.

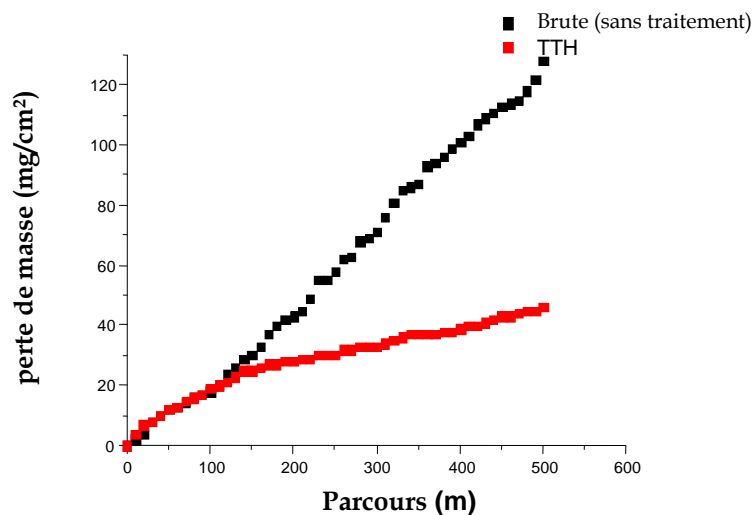


Figure V.12 : Perte en masse en fonction parcours, cas (sans traitement, traité TTH)

La figure V.12, présente les courbes d'usure qui donne la perte de masse en fonction de la distance de glissement parcourus pour des échantillons de différents traitements.

On constate que l'échantillon brut c'est-à-dire sans aucun traitement présente une perte en masse importante en fonction du parcours d'usure, si l'on compare à l'échantillon traité thermiquement où on note une résistance du matériau exprimée par la perte en masse faible après les 100 premiers mètres de parcours.

Cela est dû à notre avis au phénomène d'écrouissage qui mène à une consolidation du matériau.

Les striées correspondant à l'usure du matériau traité thermiquement après 500m de parcours sont fins preuve de faible arrachement de la matière figure V.13



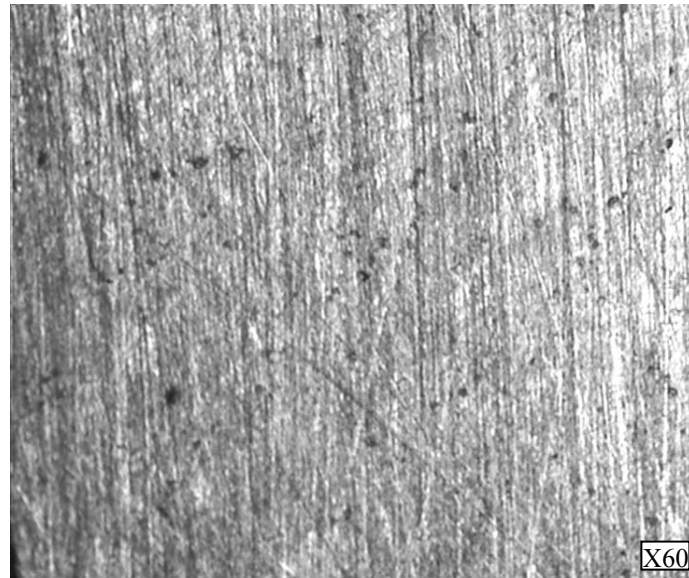


Figure V.13 Micrographie optique des stries d'usure d'un échantillon après trempe et revenu après 500m de parcours

### V.3.2. Usure par abrasion des couches cémentées

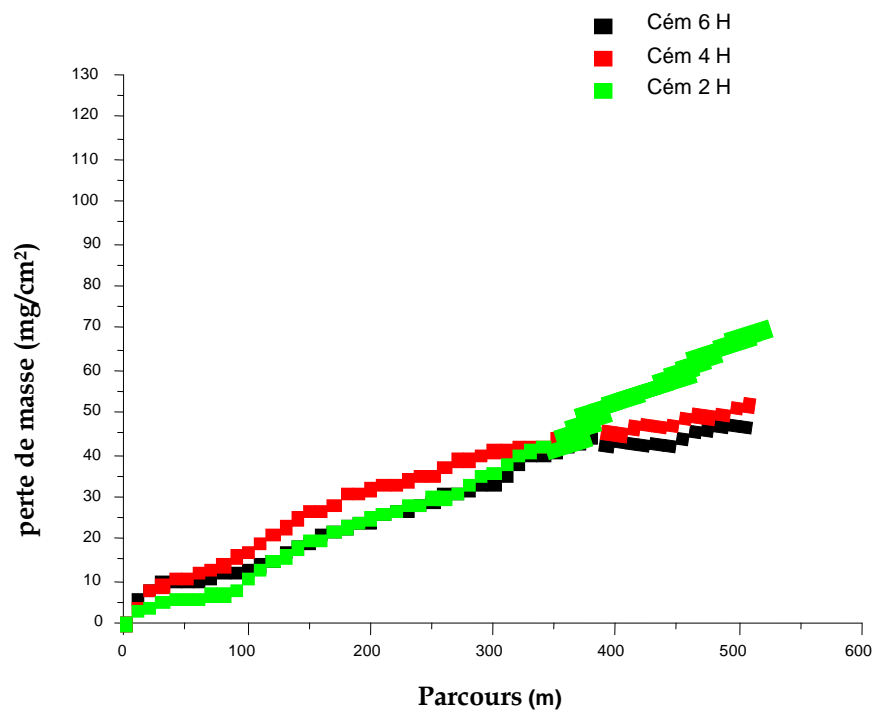


Figure V.14 : Perte en masse en fonction parcours, cas de cémentation

La figure V.14 représente les courbes d'usures des échantillons qui ont subi la cémentation pendant 2H, 4H et 6H de maintien.

Les courbes superposées qui correspondent à la perte de masse en fonction du parcours nous renseigne sur le comportement de chaque échantillon Cem 2h, 4h et 6h.

La courbe de l'échantillon Cém 6h se trouve en dessous des autre courbes c'est-à-dire le degré d'usure (perte) en fonction des parcours de cet états est moindre. Cela nous mène à dire que le traitement de cémentation de 6h confère un meilleurs comportement à l'usure abrasif.

Les striées correspondant à l'usure du matériau cimenté 6h après 400m de parcours sont des fines rayures figure V.15.



Figure V.15. Micrographie optique des striées d'usure d'un acier cimenté (Cem6h) après 400m de parcours

## V.3.3. Usure par abrasion des couches nitrurées :

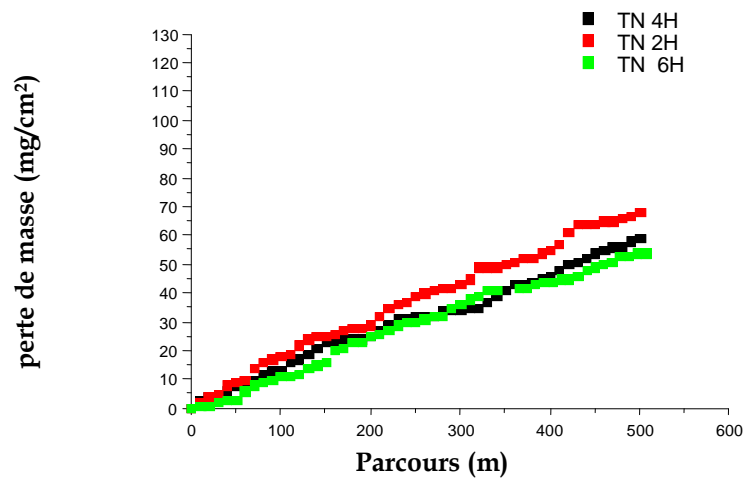


Figure V.16 : Perte en masse en fonction parcours, cas de nitruration

Les courbes ont une allure proche c'est-à-dire, pour un traitement de nitruration, le comportement est presque identique dans le cas des traitements prolongés (4h et 6h) les courbes correspondantes (4h et 6h) sont en dessous de la courbe qui correspond à 2h.

On note alors des valeurs de la perte en masse plus petite, ce qui nous mène à dire que les traitements de 4h et 6h donnent le meilleur comportement.

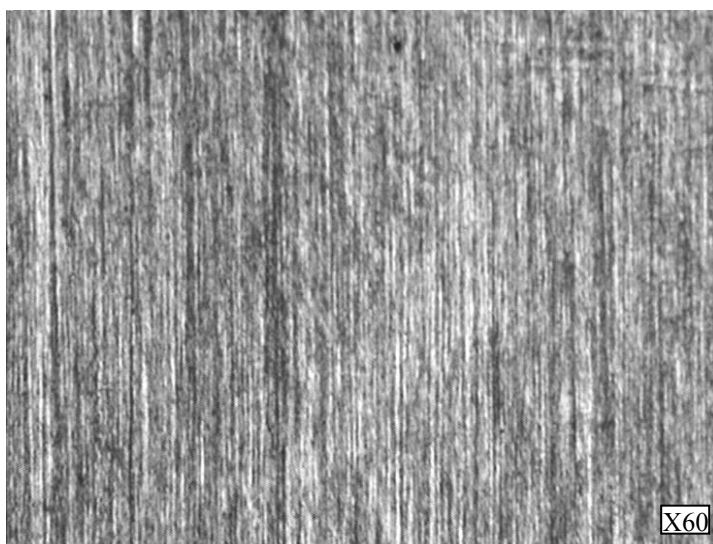
Les micrographies montrent la différence de la taille des stries en allant de 2h à 6h. Voir figure V.17.



A) TN 6H, 50m



B) TN 4H, 50m



C) TN 2H, 50m

Figure V.17 : Micrographie d'échantillons nitrurés (6h, 4h et 2h) après 50 m de parcours

## V.3.4. Comparaison entre les différents traitements

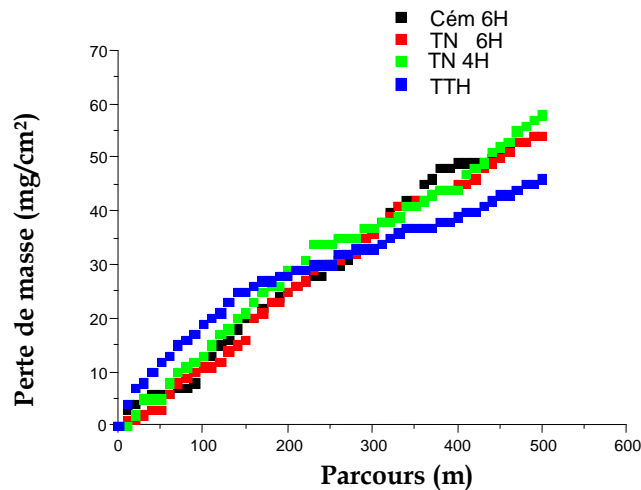


Figure V.18 : Comparaison entre les différents traitements des pertes en masse en fonction parcours(m)

Dans la figure V.20, on a représenté les courbes d'usure où les échantillons résistent mieux selon les différents traitements.

On constate que les comportements ont la même allure pour les traitements thermochimiques avec résistance remarquables des couches, dans le cas de nitruration. Si on compare la courbe de l'échantillon traité thermiquement aux autres courbes on peut dire qu'à partir de 250 m de parcours le comportement de l'échantillon traité thermiquement est le meilleur.

A notre avis c'est l'érouissage d'une structure de revenu (Traitement thermique) qui renforce le matériau c'est-à-dire la consolidation (augmentation de la résistance). L'effet du traitement (trempe + revenu) qui donne un compromis entre la résistance et la ductilité a fait que cet état présent le meilleur résultat

**V.4. Les comportements de l'échantillon à l'état de réception vis-à-vis de la corrosion:**

Cette technique consiste à former et à suivre en fonction des temps l'évolution du potentiel libre de corrosion de l'échantillon ayant subi ou non plusieurs préparations des surfaces dans un milieu ( $H_2SO_4$  à 0.1 N).

Le potentiel est une grandeur complexe assez mal définie qui varie en fonction du temps, tout fois il est très utile à le connaître puisqu'il nous renseigne sur la différence de potentielle réelle de piles rencontrées au cours des phénomènes de corrosion.

Le suivi du potentiel commence dès l'immersion de la surface de l'échantillon dans le milieu de travail et toutes les variantes jusqu'à la stabilité quasi-total.

Il est à noter que les essais électrochimiques sont déroulés dans les mêmes conditions.

Pour comparer les propriétés de corrosion des différents échantillons, on a rassemblé les résultats dans le tableau suivant :

Tableau V.1 : résultat de corrosion des différents échantillons

Acier traité	Brute	TTH	Cem2h	Cem4h	Cem6h	TN2H	TN4H	TN6H
Paramètres de corrosion								
Vitesse de corrosion $V_{corr}$ (mm/année)	7.824	6.166	3.785	2.118	1.336	4.673	4.815	1.149
Potential de corrosion $E(i=0)$ , (mV)/ECS	- 670.2	-660.8	-616.9	-649.5	-633.5	-665.3	-662.6	-658.2
$I_{corr}$ (R) $\mu A$	625.3	336.4	193.6	153.7	115.6	426.8	266.7	87.71
Densité de courant de corrosion $i$ $\mu A/cm^2$	781.62	420.5	242	192.125	144.5	533.5	333.3	109.6
Résistance de polarisation $R_p$ ( $\Omega$ )	34.73	50.88	112.2	141.3	187.9	64.56	81.41	247.6

On observe que la densité du courant de corrosion ( $i$ ) et la vitesse de corrosion ( $V_{corr}$ ) diminuent pour l'acier nitruré on allant de 2h de maintien jusqu'à 6h. Elles passent de 533.5  $\mu A/cm^2$  à 109.6  $\mu A/cm^2$  et de 4.673 mm/année à 1.149 mm/année respectivement.

Cette diminution améliore d'une façon remarquable la résistance de polarisation du matériau nitruré.

Pour un maintien de 2h, elle est de l'ordre de 64.56  $\Omega$  alors qu'elle atteint 247.6  $\Omega$  pour un temps de 6h.

les phénomènes d'amélioration du comportement électrochimique peuvent être attribués à la présence d'une couche dense de nitrure en surface ( $\epsilon - \text{Fe}_{2-3}\text{N}$  et  $\gamma' \text{Fe}_4\text{N}$ ).

La formation de plus de nitrures aide à couvrir la surface de l'attaque de corrosion et pour cette raison, qu'avec l'augmentation du temps de nitruration, la résistance à la corrosion s'améliore [97].

Dans le cas de cémentation, les résultats obtenus montrent l'amélioration du comportement électrochimique du matériau entre 2h et 6h de maintien.

Cette amélioration se traduit par la diminution de la densité de courant (de  $242 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  à  $144.5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ ), de la vitesse de corrosion (de  $3.785 \text{ mm}/\text{année}$  à  $1.336 \text{ mm}/\text{année}$ ) et par l'augmentation de la résistance de polarisation (de  $112.2 \Omega$  à  $187.9 \Omega$ ).

A notre avis l'amélioration du comportement électrochimique dans le cas du traitement de cémentation peut être attribuée au film protecteur d'oxyde de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) qui couvre la surface et freine la continuité de la dissolution. D'après les résultats obtenus, les états brut et traité thermiquement présentent les comportements les plus faibles.

Les différentes courbes de polarisation logarithmique sont représentées en superposition à la figure V.21

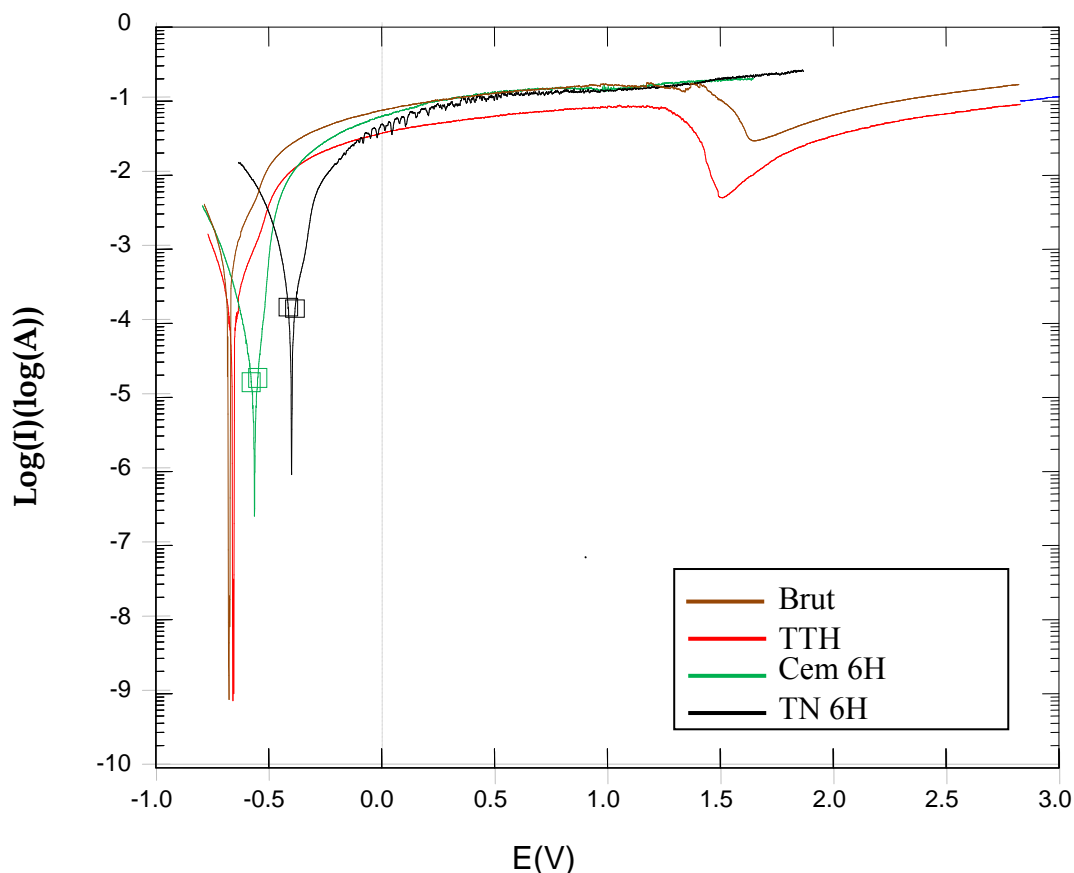


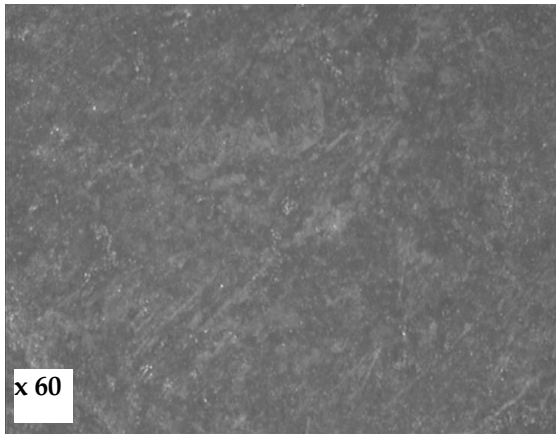
Figure V.19: Les courbes de polarisation logarithmique

#### V.4.1 Les différentes Micrographies des échantillons corrodés

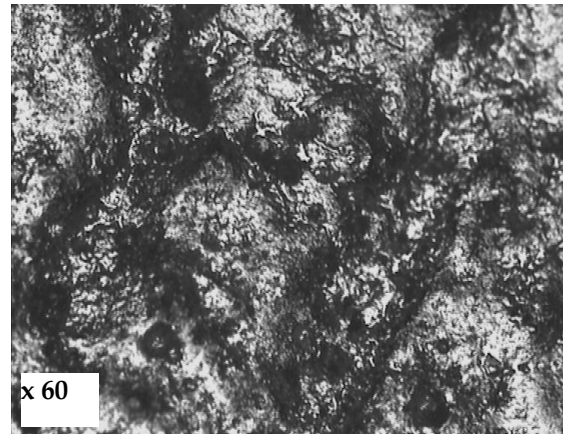
Les micrographies à faible grossissement présentées à la figure V.22 montre l'état de surface corrodé des différents échantillons dans la solution de  $H_2SO_4$  (figure V. 22)

On constat que le nombre de piques de corrosion est élevé dans le cas des traitements non résistants (brute, TTH, Cem 2h et TN 2h), alors qu'il diminue pour les traitements de temps de maintien prolongé (Cem 6h et TN 6h).

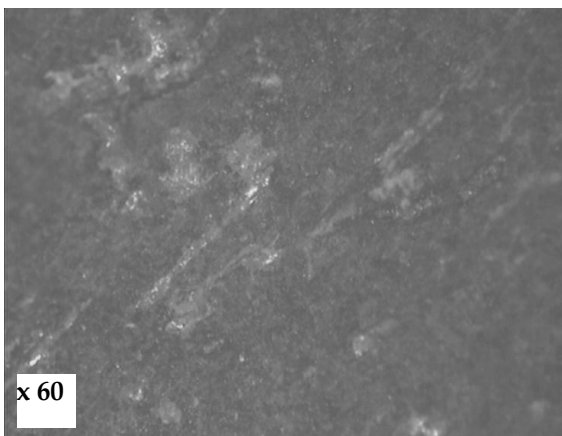
Planche 1



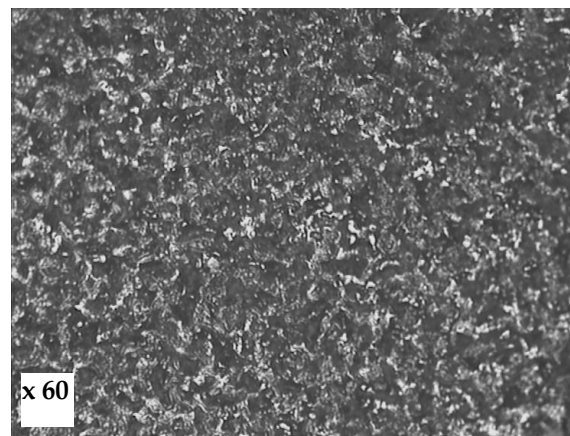
Cem 2h



TN 2h



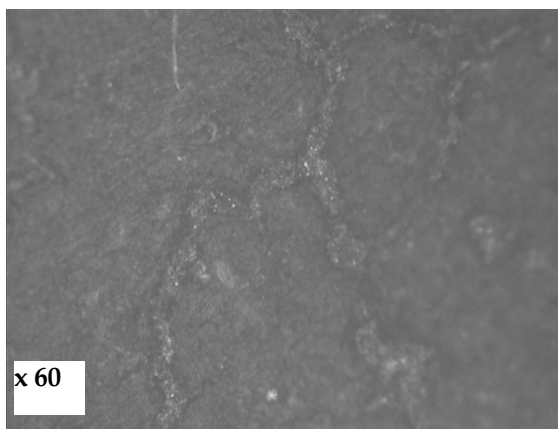
Cem 4h



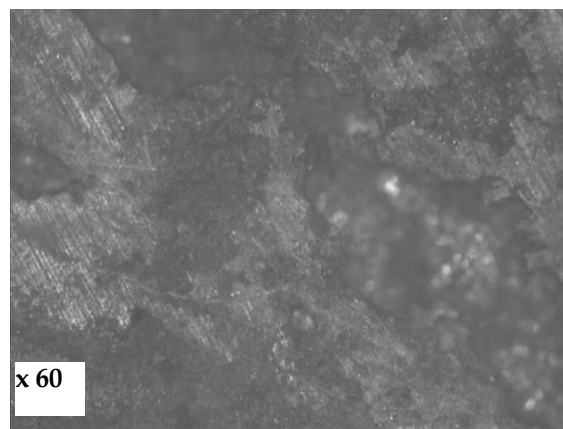
TN 4h



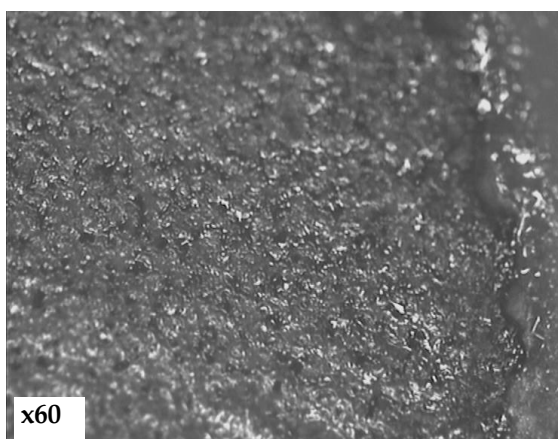
Planche 2



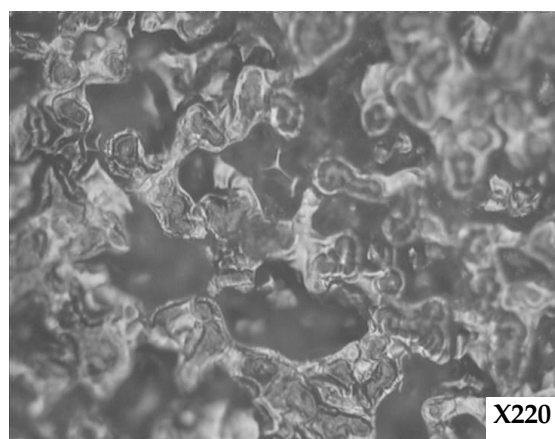
Cem 6h



TN 6h



TTH



Brute

Figure (V.20) : Présentes différentes Micrographies des échantillons corrodés.

5. Étude de l'état de surface par profilométrie (Rugosité) :

Tableau V.2 : Rugosité

Acier traité	Brute	TTH	Cem2h	Cem4h	Cem6h	TN2H	TN4H	TN6H
Rugosité Ra $\mu\text{m}$	0.08	1	0.24	0.38	1.20	1.24	1.44	1.5
Rugosité Ry $\mu\text{m}$	0.81	6.60	2.80	3.08	6.67	8.20	8.86	8.50

D'après les résultats du tableau V.1, on peut dire que la rugosité de l'état de surface augmente dans le cas des traitements thermochimique avec le temps de séjour en bain (nitruration) ou bien le temps de cémentation.

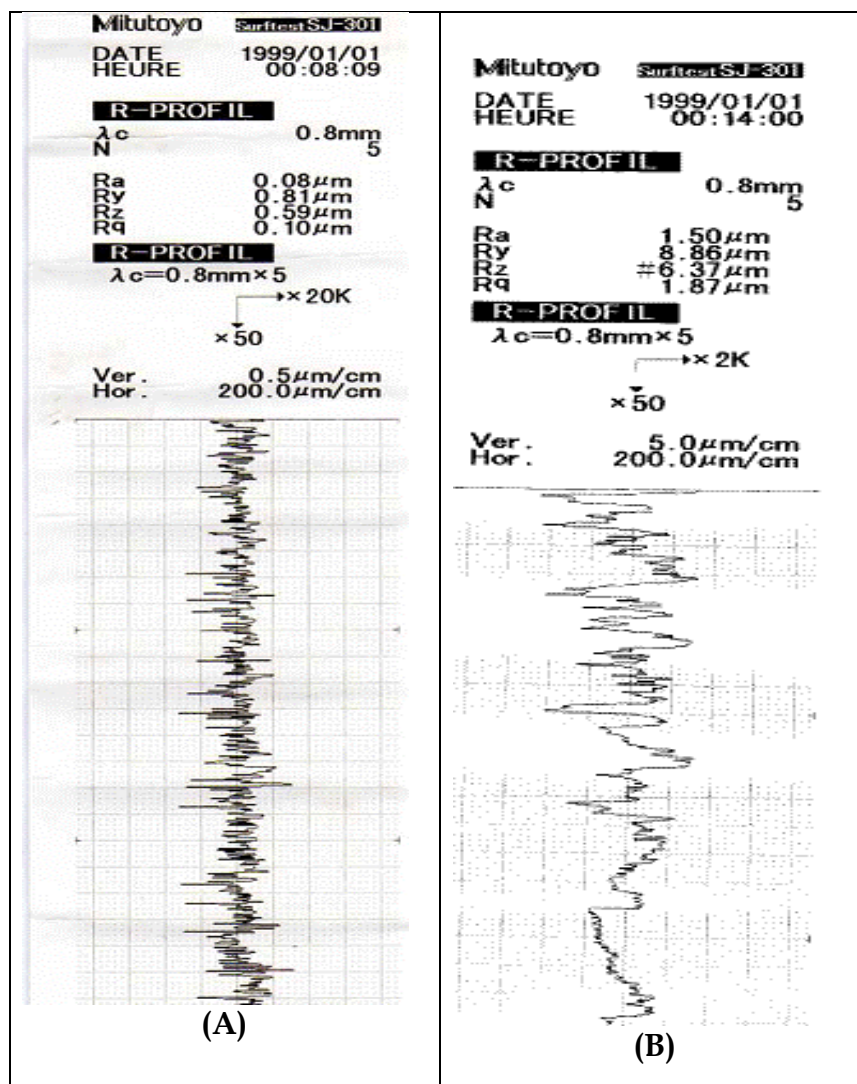
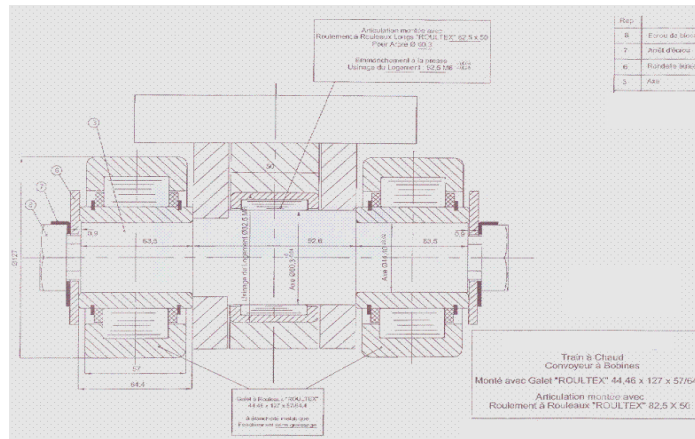


Figure V.21: Rugosité (A) avant traitement, (B) après traitement de nitruration 4 heures

## CHAPITRE VI

### SOLUTION ET ETUDE TECHNICO- ECONOMIQUE



**Introduction :**

La politique de la maintenance est la définition, au niveau de l'entreprise, des objectifs technico-économiques relatifs à la prise en charge des équipements par le service maintenance.

La gestion de maintenance prend essentiellement en compte les aspects technique, économique et financier des différentes méthodes utilisables (corrective, préventive systématique et préventive conditionnelle) en vue d'optimiser la disponibilité des matériels.

Elle s'organise en prenant pour base le budget affecté au service : à partir de l'analyse d'observation, chiffrées ou non, calculées, relevées ou mesurées ; ce qui implique des choix.

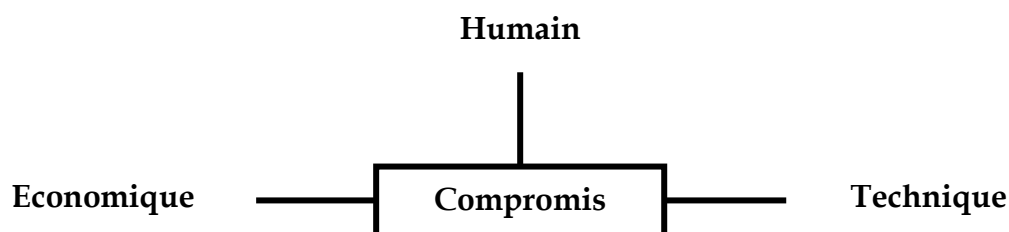
Dans l'entreprise il existe plusieurs politiques : politique de maintenance, politique de qualité, politique de production, financière ...

Toutes les politiques sont représentées par l'ensemble des règles d'action définissant les intentions de la direction en matière d'organisation et de gestion.

La définition des objectifs ne se peut faire qu'en concertation avec la direction technique et les services de production ou d'exploitation.

**VI.1. Politique de la maintenance :****VI.1.1. Choix des objectifs :**

La politique implique la prise de décision sous forme de compromis entre les trois pôles :



## VI.1.2 Choix d'une politique en fonction des coûts

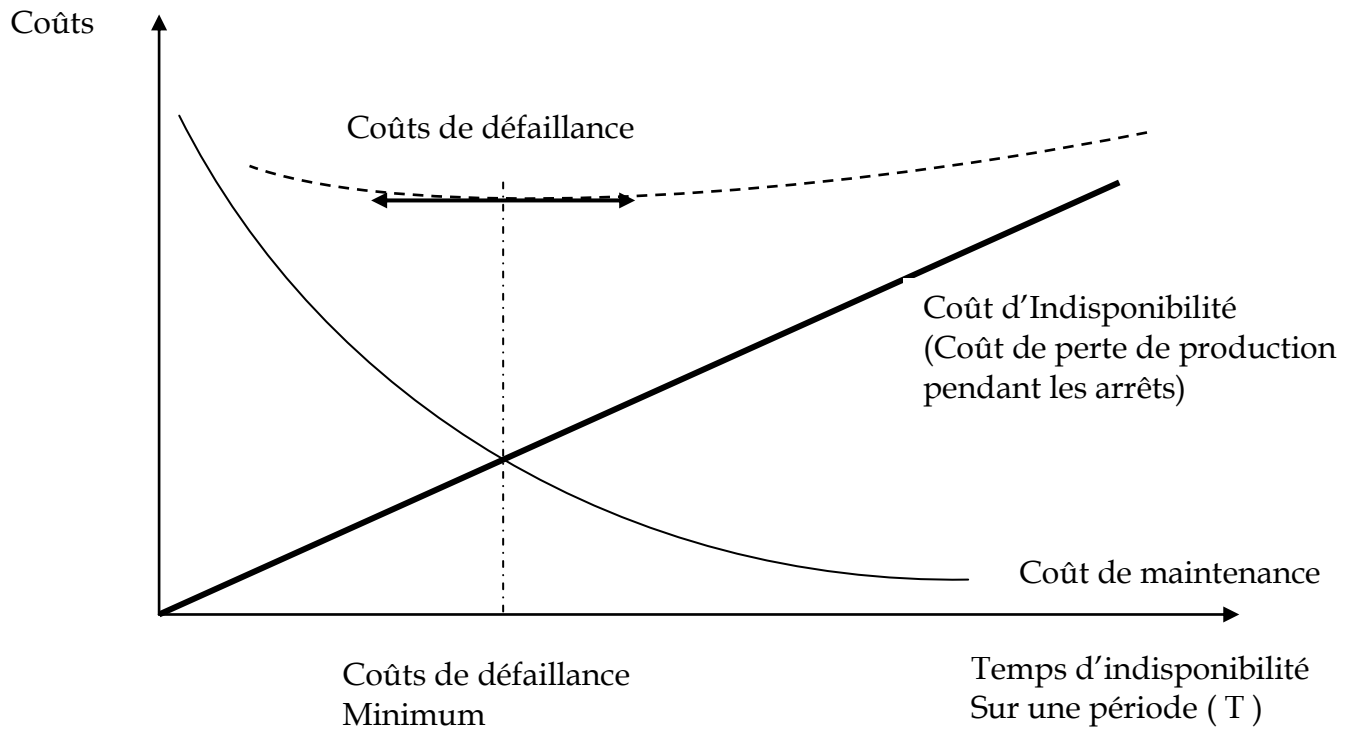


Figure VI.1 : Choix d'une politique de maintenance en fonction des coûts

## VI.1.3 Exemples de politique de maintenance :

- 1- Accroître la disponibilité des matériels de production.
- 2- Réduire les coûts de maintenance des matériels de production.
- 3- Permettre une production de haute qualité.
- 4- Diminuer les pertes de production.
- 5- Augmenter la productivité du personnel de maintenance.
- 6- Réduire les stocks liés à la maintenance.
- 7- Améliorer l'efficacité de l'ordonnancement (moins « d'improvisations »).
- 8- Définir une politique d'approvisionnement.
- 9- Définir les conditions de renouvellement ou d'investissement.
- 10- Définir une politique de recours à des entreprises extérieures.
- 11- Optimiser la répartition entre la maintenance corrective et la maintenance préventive.
- 12- Choisir la méthode de maintenance la mieux adaptée à un matériel donné.

Une fois un objectif clairement défini, et en se limitant au domaine de la maintenance opérationnelle, nous devons encore raisonner en terme de choix.

## **VI.2. Les coûts relatifs à la fonction maintenance :**

### **VI.1 Les coûts de maintenance**

Les coûts de maintenance correspondent aux coûts directement imputables à la maintenance.

#### **VI.1.1 Les coûts d'indisponibilité :**

- Les coûts d'indisponibilité prendront en compte en particulier :
- Les coûts de pertes de production incluant les de non production (dépenses fixes non couvertes et dépenses variables non réincorporées), et la non qualité de production provoquée par la défaillance des équipements productifs (coûts des rebuts et retouches).
- Le surcoût de production (personnel, coût des moyens de remplacement mis en œuvre, stock supplémentaire de pièces en attente en cas de défaillances).
- Le manque à gagner de production
- Les pénalités commerciales,
- Et les conséquences sur l'image de marque de l'entreprise (non chiffrables directement) [86].

#### **VI.2.1.2 Les coûts de défaillances :**

Les coûts de défaillances intègrent les coûts de maintenance corrective et les coûts d'indisponibilité consécutifs à la défaillance des biens d'équipement [86].

## **VI.3. Contrôle de la rentabilité des actions de maintenance**

Si nous raisonnons en termes de choix pour une nouvelle politique, ou un changement de méthode de maintenance, nous pensons qu'il est souhaitable d'argumenter les propositions de modification, c'est la méthode pour imposer et conduire une politique.

Pour argumenter il faut mettre en évidence les aspects techniques et économiques du problème.

**VI.3.1 L'aspect technique :**

Un changement de politique ou une modification pour améliorer un matériel influence toujours favorablement un ou plusieurs des paramètres suivants :

- Amélioration des conditions de travail
- Recherche d'une meilleure productivité.
- Amélioration de la sécurité du poste de travail.
- Amélioration de fiabilité et de la maintenabilité.
- Recherche d'une meilleure qualité
- Etc.,

**VI.3.2 L'aspect économique :**

Pour justifier la rentabilité de la modification il faut connaître le coût de la modification, calculer le seuil de rentabilité industriel.

Le seuil de rentabilité industriel correspond à la période au bout de laquelle nous récupérons la valeur de l'investissement [87].

$$\text{Seuil de rentabilité} = \frac{\text{Investissement}}{\text{Gain par unité de temps}}$$

**VI.4. Les solutions proposées pour notre cas pratique**

Les articulations des systèmes de transfert convoyeur à bobine utilisé au niveau de laminoir à chaud LAC ArcelorMittal Annaba veillent dans des conditions difficiles du point de vue de :

- l'ambiance de fonctionnement (contact direct avec les débris de transformation calamine et poussière).
- les sollicitations mécaniques : présence de chocs, surcharge sur les paliers roulements.
- La chaleur (température élevée), système de graissage non fiable.

Donc, l'importance de l'abrasion conduit à une très faible durée de vie des solutions de frottement.

Conséquence :

Disfonctionnement au niveau des convoyeurs plus précisément les sous ensembles chaîne d'entraînement :

- Usure importante des galets partie intérieure et extérieure,

- Détérioration des cages à rouleaux (roulement, casse et perte des aiguilles),
- Déformation des glissières.

Ces problèmes nous ont incités à trouver une solution simple, rapide, réalisable et non coûteuse.

#### VI.4.1. L'usure extérieure des galets

Pour maîtriser l'usure extérieure des galets on propose un traitement thermochimique (trempe revenu plus nitruration de six heures de maintien), jugée le meilleur d'après notre étude de point de vue dureté, comportement à l'usure et corrosion.

#### VI.4.2. L'usure intérieure des galets

On doit maîtriser la rigidité des systèmes et articulation par une meilleure conception efficace par rapport à l'existante figure VI.2

On propose trois modèles,

- l'utilisation des mêmes axes avec des roulements type ROULTEX à étanchéité métallique fonctionnant avec graissage réduit, figure VI.3.

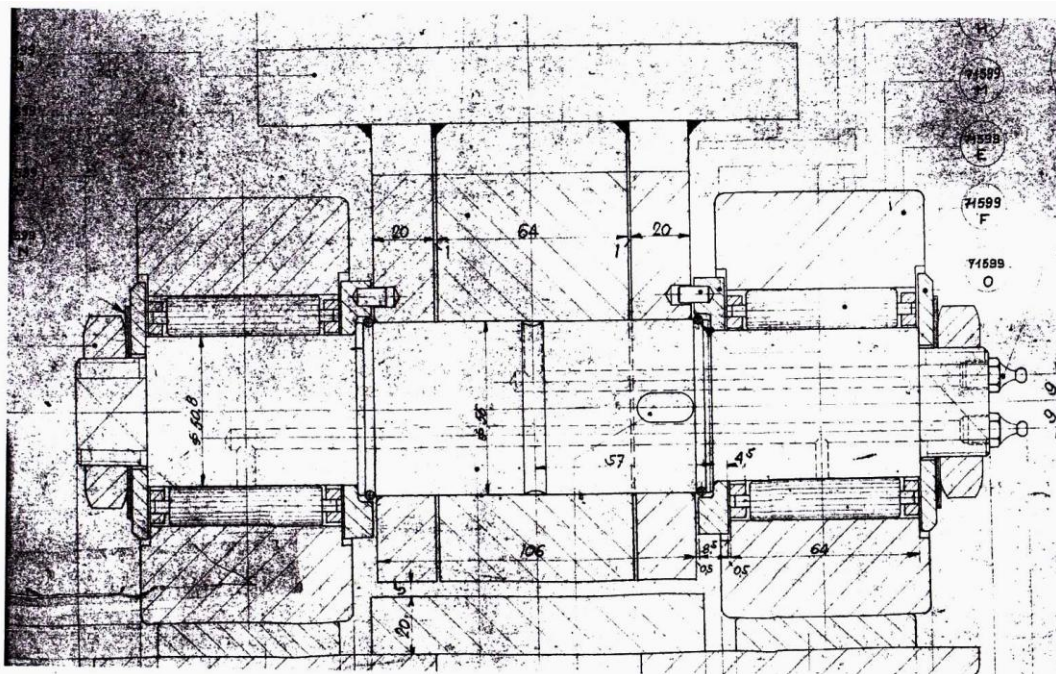


Figure VI.2 : Configuration d'origine (existante)



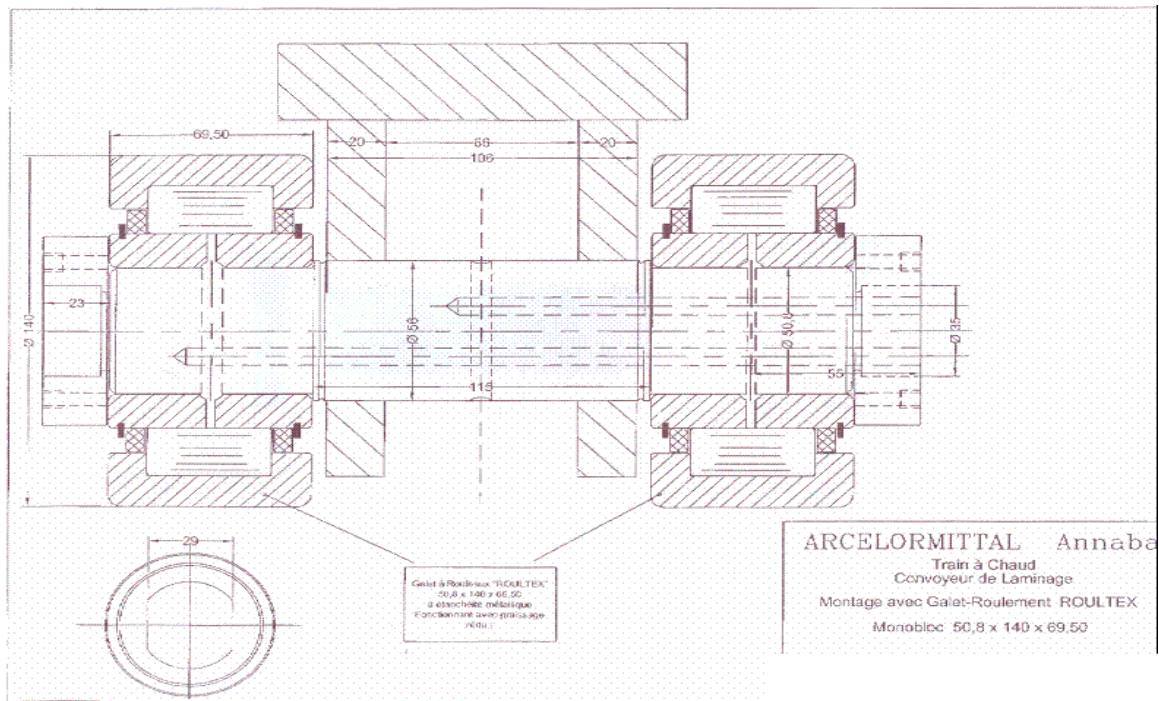


Figure VI.3 : montage avec Galet ROULTEX à graissage réduit

Le prix de l'ensemble galet complet estimé à 15 KDA, durée de vie douze ans (12 ans), selon les gammes des produit du fabricant ROULTEX, France. Avec cette solution on a une bonne étanchéité et une consommation moindre de graisse

- l'utilisation des galets à rouleaux type ROULTEX à étanchéité métallique fonctionnant sans graissage (graissage à vie), figure VI.3.

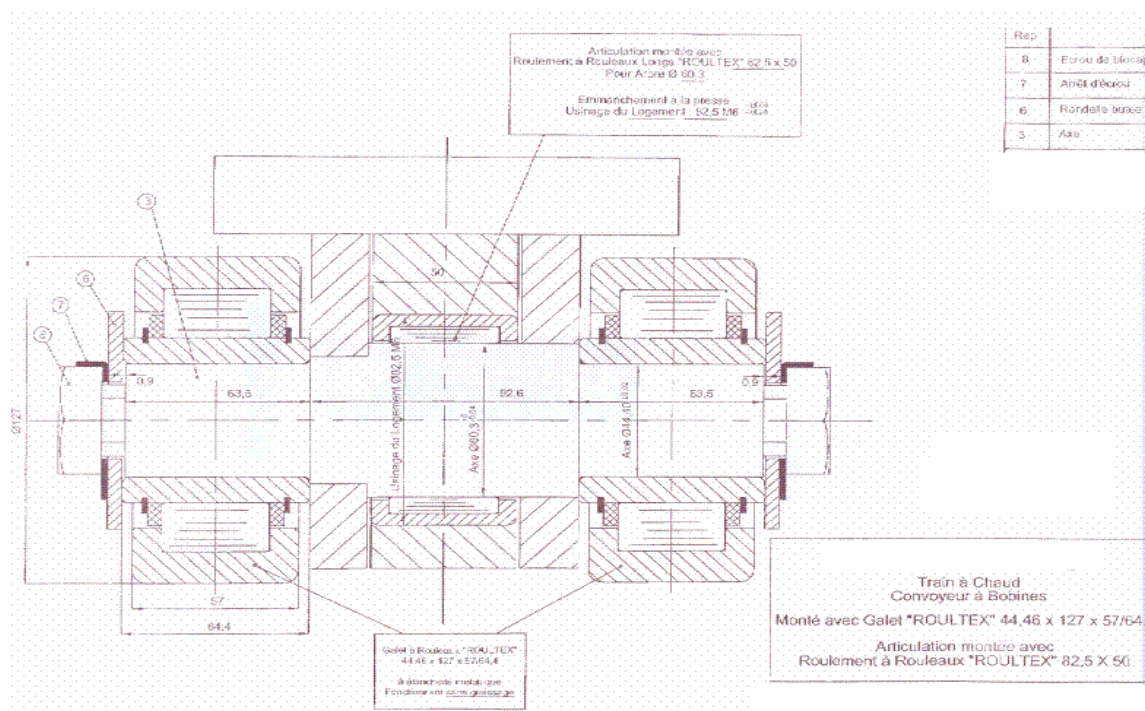


Figure VI.4 : montage avec Galet ROULTEX, Graissage à vie

Le prix de l'ensemble galet complet estimé à 20 KDA, la durée de vie dix ans (10 ans), selon les gammes des produit du fabricant ROULTEX, France.

- l'utilisation des coussinets en bronze graphité, fonctionnant sans graissage (graissage à vie), figure VI.5



Figure VI.5 : Bague en Bronze graphité

Le prix de l'ensemble galet complet équipé par une bague en Bronze graphité estimé à 07 KDA durée de vie une année, selon les gammes des produits du fabricant DELTA METAL.

Tableau VI.1 : comparaison entre les coûts des solutions proposées

Proposition	Prix (KDA)	Durée de vie (année)	Coût sur 12 ans (KDA)
1	15	12	60 000
2	20	10	96 000
3	7	1	336 000

D'après le tableau VI.1, Notre choix est la deuxième proposition :

L'utilisation des galets à rouleaux type ROULTEX à étanchéité métallique fonctionnant sans graissage (graissage à vie)

De point de vue efficacité économique (pas de graissage simple), gain en matière grasse et main d'œuvre pour maintenance.

**VI.5. Estimation seuil de rentabilité de la solution proposée :**

Le Convoyeur à chaîne transporteur bobine du TAC - LAC Arcelormittal Annaba (Maillons, axes, galets ...),

Quantité des galets installée : **4000**

Perturbation : arrêt de la production suite à l'arrêt du convoyeur : entre 1,8 à 2% des arrêts totale du train à chaud : (2007) 37h, (2008) 70h.

Taux de marche **180t/h.**

Prix de vente bobines est : **95 KDA / tonne.**

Gain par tonne : **50 KDA** (45 KDA représente les coûts de semi-produit, transformation et énergies).

Les arrêts de production suite à la défaillance de la chaîne pour l'année 2008 sont de 70 heures (à plusieurs reprises).

La perte (manque à gagner) 2008 :

$$50 * 180 * 70 = 630\ 000\ \text{KDA}$$

**La perte sèche :**

La perte sèche est la perte en matière suite à l'endommagement des rives des bobines pendant les évacuations suite à l'arrêt de convoyeur.

Cette perte est estimée à 0.8 % de la production totale selon les statistiques.

C'est-à-dire **20 tonnes** par jour pour une production de **2500 tonnes** par jour.

La rénovation de la chaîne avec l'utilisation des pièces traitées en tenant en compte les solutions proposées.

Comprends :

- prix des pièces : **20 \* 4000 = 80 000 KDA**
- Prix des consommables (visseries, écrou, rondelles ...).
- Pour le montage (1KDA par pièce) c'est -à- dire : **1 \* 4000 = 4000 KDA**
- Main d'œuvre estimé à douze agents pendant **44 jours** ouvrable (deux mois), salaire moyen est **50 KDA**, donc : **50 \* 12 \* 2 = 1200 KDA**
- Moyen de levage et manutention estimé à **40 KDA** par jours donc :  
**40 \* 44 = 1760 KDA**

Donc l'enveloppe de l'investissement est de **86 960 KDA**

Majoration de 15 % (pour les imprévus) : **100 000 KDA**

**L'investissement est estimé à 100 000 KDA**

Le gain si on suppose que la solution proposée améliore et prolonge la durée de vie de pièces et minimise les arrêts de production liés à la chaîne à **50 % par** rapport à l'état actuelle.

Pour l'année 2008 enregistrés : 70 Heurs d'arrêt, Donc le gain est 35 heures

$$50 * 180 * 35 = 315000 \text{ KDA}$$

Le gain en matière est **20** tonnes par jour

Le coût est :  $20 * 50 * 325 = 325 000$

**Seuil de rentabilité en tenons en compte gain en matière (20 tonnes par jour) :**

$$\begin{array}{rcl} & \text{Investissement} & 100\,000 \\ \text{Seuil de rentabilité} = & \frac{\quad}{\quad} & = \frac{\quad}{\quad} \\ & \text{Gain par unité de temps} & 325\,000 \\ & \sim & \mathbf{100 \text{ jours}} \end{array}$$

**Seuil de rentabilité en tenons en compte le manque à gagner :**

$$\begin{array}{rcl} & \text{Investissement} & 100\,000 \\ \text{Seuil de rentabilité} = & \frac{\quad}{\quad} & = \frac{\quad}{\quad} \\ & \text{Gain par unité de temps} & 315\,000 \\ & \sim & \mathbf{115 \text{ jours}} \end{array}$$

On tenons en compte les deux le Seuil de rentabilité est :

$$\begin{array}{rcl} & \text{Investissement} & 100\,000 \\ \text{Seuil de rentabilité} = & \frac{\quad}{\quad} & = \frac{\quad}{\quad} \\ & \text{Gain par unité de temps} & 325\,000 + 315\,000 \\ & \sim & \mathbf{2 \text{ mois}} \end{array}$$

#### VI.6. Conclusion :

Ce résultat indique qu'ont peut récupérer la valeur de cette investissement a partir du deuxième mois de la mise en service de l'installation.

## Conclusion générale

Durant cette étude, nous nous sommes intéressés aux problèmes de frottement et d'usure des systèmes mécaniques, dans laquelle nous avons essayé de donner des éclaircissements sur le problème de frottement en faisant intervenir un certain nombre de paramètres liés au comportement des couches, dans le but de classer ces matériaux selon leur résistance à l'usure pour des utilisations données.

La présente étude a pour objet de présenter un certain nombre des résultats en vue d'optimiser les procédés d'usure et de maîtriser le comportement des matériaux vis à vis des agents de sollicitation, lorsque ces derniers sont dans leurs conditions de service.

Cette étude a montré que l'usure par abrasion des systèmes mécaniques est très dommageable, du fait qu'elle peut provoquer la panne de n'importe quel organe et par conséquent l'arrêt de la machine. En partant de ce cas nous avons mené des expériences sur le comportement à l'usure par abrasion des matériaux après traitement thermique et thermo-chimique à différents temps de maintien. A cet effet, la dégradation des surfaces est déterminée par le comportement purement mécanique des couches superficielles.

L'ensemble des essais réalisés nous a permis de mieux comprendre les mécanismes de frottement, d'usure et de corrosion

Les différentes techniques utilisées nous ont permis d'appréhender la complexité du problème et de mettre en évidence les différences marquées sur le matériau étudié selon le traitement appliqué.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] WYSZKOWSKI, PREIGNITZ (H.), GOZDZIK (E.), RATLIEWCS(A.)  
Influence de l'austénite résiduelle sur quelques propriétés de l'acier cémenté.  
Rev. Met., Yo1.68, n°6 juin 1971.
- [2] BEUMELBURG (W.)  
Comportement d'éprouvettes cémentées présentant divers états superficiels, des teneurs en carbone variables en surface lors d'essais de flexion rotative, flexion fatigue et résilience, Traitement Thermique, 98-75, 39-50.
- [3] PARRISH (G.).  
The influence of microstructure on the properties of case carburised components. Heat Treatment of Metals, 1976, 4.
- [4] RAZIM.  
Influence de l'austénite résiduelle sur la résistance mécanique d'éprouvettes cémentées soumises à des efforts alternés. Rev. Met., février 1969.
- [5] MOUFLARD (M)  
Utilisation des atmosphères contrôlées. Traitement Thermique, n°14, (1965), p23.
- [6] PARRISH (G.), HARPER (G.S.)  
Production gas carburizing. Oxford, Pergamon Press, (1985).
- [7] CHATTERJEE (R.), FISHER (A.), SCHAABER (O.)  
Quelques considérations sur la carbonituration en atmosphère gazeuse. Traitement Thermique, n°82, (1974), p41.
- [8] SALONEN (L.), SULONEN (M.)  
H.T.M. Octobre 1970, 25, n°3, p461. Traduction dans Traitement Thermique n°73,1973), p41.
- [9] PRUNEL (G)  
Oxydation interne lors de la cémentation d'engrenages. Traitement Thermique, n°197, (1985), p31.
- [10] BENCHETRIT (JP),  
La cémentation accélérée. Traitement Thermique, n°166, (1982), p39.
- [11] CHATTERJEE (R.), FISHER (A.)  
Internal oxydation during carburizing and heat treating. Met Trans. A, Vo19, (1978), p1553.
- [12] GUY (A.G.), HREN (J.J.)  
Elements of physical Metallurgy 3° Ed. (1974), Addison Wesley series in metallurgy and Materials, M. COHEN ed., p484.
- [13] GUNNARSON (S.)  
H.T.M., (1967), 22, n°4, p293.
- [14] GHIGLIONE (D.)  
Modèles mathématiques de cémentation, Traitement Thermique, 195-85, 31-41.
- [15] FICK (A.)  
Ann. Phys. Lpz, (1985), vol 170, p59.
- [16] CRANK (J.)  
The Mathematics of diffusion. Oxford University Press, (1970).

- [17] KACZALA (P.), PEUGEOT (P.Y.), MEYNET (G.)  
Etude thermogravimétrique du comportement à la cémentation gazeuse d'aciers  
CD4, NC6, MC5. Rev. de Met., (1970), p931.
- [18] SMITH (R.P.)  
Acta. Met., (1953), vol 1, p578. Ibid [41].
- [19] WELLS (C.), BATZ (W.), MEHL (R.F.)  
Trans A.I. M.E., vol 188, (1950), p553.
- [20] ASIMOV (R.M.)  
Trans A.I. M.E., vol 230, (1964), p61 L
- [21] BRISSON(J.), BLONDEAU(R.), MAYNIER(P.), DOLLET(J.)  
Contribution à la connaissance de la dureté des différentes structures des aciers au carbone et moyennement alliés. Mem. Sci. Rev. Met., Février 1975, 115-131.
- [22] CONVERT(F.), TOURNIER(C.)  
Maîtrise de la microstructure en cémentation par la prévision du profil carbone en vue d'obtenir les propriétés d'emploi désirées.  
Traitement Thermique, 165-82, 27-44.
- [23] LEVEQUE (R.)  
Définition d'un traitement thermique en vue de l'amélioration de la tenue en fatigue. Traitement Thermique, III-88, 27-35.
- [24] POURPRIX (Y.), NAUDOT (J.)  
Cémentation sous pression réduite, Traitement Thermique, 197-85, 51-58.
- [25] TOURNIER(C.), FAURE (L.),CHANTEL (M.), PLUMEL (M.), RENAUD (M.)  
Spécifications pour la réception des engrenages cémentés ou carbonitrurés.  
Traitement Thermique, 212-87, 29-33.
- [26] COLLIN(R.), GUNNARSON(S.), THULIN(D.)  
Ein mathematisches model zur berechnung von aufkohlungs-profilen bei der gazaufkohlung, Hdrterei Techn. Mitt., 25, 1970, pl
- [27] ELLIS  
Some thermodynamic properties of carbon in austenite JISI Inst., 201, 1963), p582-
- [28] NEUMANN(F.), PERSON(B.)  
Beitrag zur metallurgie der gasaufkohlung, Hdrterei Techn. Mitt., 23, 1968, p4.
- [29] KOISTINEN (D.P.), MARBURGER (R.E.)  
A general equation prescribing the extent of the austenite martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. Acta. Met. 7 (1959), 59-60.
- [30] STEVEN (W.), HAYNES (A.G.)  
J. Iron Steel Inst. Vol. 183 (1956), 349.
- [31] J HAYNES (A.G.)  
Interrelation of isothermal and continuous cooling heat treatments of low alloy steel and their practical significance. The Iron and Steel Institute. Heat Treatment of Metals, Special Report n°95 (1966), 13-23.
- [32] J PARRISH (G.)  
The influence of microstructure on the properties of case-carburized components. A.S.M.; Metals Park; Ohio. (1980).

- [33] MEYZAUD(Y.), SAUZAY(C.)  
Prévision des pourcentages d'austénite résiduelles a l'aide des courbes de transformation en refroidissement continu des aciers. Mom. Sci. Rev. Met., LXIX n°II, 1972.
- [34] NESSIUS (A.)  
Austénite résiduelle. Traitement Thermique, 44-69, 23-29.
- [35] HABRAKEN (L.), ECONOMOPOULOS (M.)  
Les microstructures bainitiques dans les aciers et les alliages de métaux non ferreux. Collection des publications de l'Université de Liege - Faculté des sciences appliquées, n°8, 1968.
- [36] DUVAL (P.), MURRY (G.)  
L'Evaluation de la teneur en austénite résiduelle par analyse dilatométrique. Mom. Sci. Rev. Met., LXY n°6, 1968, 461-468.
- [37] CONSTANT (A.), HENRY (G.)  
Les principes de base du traitement thermique des aciers. PYC Edition, Paris, 1986.
- [38] WHEATLEY (J.M.), BAKER (R.G.)  
Brit. Weld. J., 1963, vo110, N° 1, p23
- [39] HONEYCOMBE (R.W.K.), DICKERING (F.B.) Ferrite and bainite alloy in steels  
Met. Trims., Vo13, may 1972, 1099-1112..
- [40] SRINIVASAN (G.R.), WAYMAN (C.M.)  
Acta. Met., 1968, Vo116, 609-621.
- [41] CHLETON (D.N.), KELLY (P.M.)  
Iron Steel Inst. Spec. Rep., n°93, 1965, p146.
- [42] RADCLIFFE (S.V.), ROLLASON (E.C.)  
J. Iron Steel Inst., 1959, voll91, p56.
- [43] BRUSSON (J.P.)  
Contraintes résiduelles dans les pièces cémentées soumises à la fatigue Trait. Thermique, P 85-74, 55-66.
- [44] MTTMEIJER (E.J.)  
Fatigue of case hardened steels; role of residual macro and microstress. heat. Treating, vol3, N°2, (1983), 114-119.
- [45] CHAMPIN (B.), SERAPHIN (L.), TRICOT (R.)  
Effets compares des traitements de cémentation et de carbonituration sur les propriétés d'emploi des aciers pour engrenage. Mem. Sci. Rev. Met., (1977), 77-90.
- [46] DIAMENT (A.), EL HAIK (R.), LAFONT (R.), WYSS (R.)  
Tenue en fatigue superficielle des couches carbonitrurées et cémentées en relation avec la répartition des contraintes résiduelles et les modifications du réseau cristallin apparaissant en tours de fatigue. Traitement Thermique, 87, (1974), 87-97.
- [47] SIMON (A.), LORENZO (A.), BECK (G.), MEYNET (G.)  
Influence de la teneur en azote sur les transformations de l'austénite carbonitrure de l'acier 30 CD 4. Mom. Sci. Rev. Met., LXXI, N°12, (1974), P823-831.
- [48] WYSS (U.), WEISSOHN (K.H.)  
Austénite résiduelle. Traitement Thermique. 44-69, 23-29.



- [49] JACQUOT (J.), BAK (C.)  
Influence de différents traitements superficiels sur la limite de fatigue des fontes GS. *Traitement Thermique*, 218, (1988), 29-35.
- [50] LIEURADE (H.P.)  
Effet des contraintes résiduelles sur le comportement à la fatigue des pièces et des structures industrielles. *Traitement Thermique*, 218, (1988), IS-28.
- [51] J.BRAND (A.), FLAVENOT (R.), GREGOIRE (R.), TOURNIER (C.)  
Recueil de données technologiques sur la fatigue, CETIM, (1980).
- [52] PRADO (J.M.), ARQUES (J.L.)  
Influence of retained austenite on the fatigue endurance of carbonitrided steels. *J. Mat. Sci.*, 19, (1984), 2980-2988.
- [53] GOURMAND (M.)  
Cementation - carbonituration, *Traitement Thermique*, 131-79, 31-36.
- [54] BELL (T.), THOMAS (D.H.)  
Cycles stressing of gas nitrocarburized low carbon steel. *Met. Trans. A*, vol 10A, January 1979, 79-84.
- [55] BODOMA (S.)  
The behaviour of residual stress during fatigue stress cycles.  
*Pro. of the Int. Conf. on Mech. Beh. of Mat.*, Kyoto, 15-20 aor2t 1971.
- [56] STARKER (P.), WOHLFART (H.), MACHERAUCH (E.)  
Biegewechsel festigkeit and Grosseneffekt bei unterschiedlich War ebehandelten Stahlproben aus CK 45 nach Kugelstrahlen. *Hare Conf. Int. sur le grenailage de precontrainte*, Paris, 14-17 sept. 1981, Ed Pergamon Press.
- [57] DELARCHE (C.)  
Influence des conditions de trempe et de revenu a basse température sur les propriétés mécaniques des couches cémentées et carbonitrurées. *Traitement Thermique*, 197-85, 43-49.
- [58] B. Grellet, Journées Spécialisées du CACEMI, Paris, Mars (1999).
- [59] C. Dermaix, G Veyssiere, L. Henry, Journées Traitements de Surface Anti Corrosion, Limoges, Novembre (2000).
- [60] J. P. Lebrun et Y. Corre, Journées Spécialisées du CACEMI, Paris, Mars (1999)
- [61] Alloy phase diagrams, ASM V3, (1992), p231.
- [62] MICHEL (H.). - Nituration de surfaces métalliques. Journées d'Études Oléron 87 ; Les Éditions de Physique, p. 465 à 486, juin 1988.
- [63] GHIGLIONE (D.), CONVERT (F.) et TOURNIER (C.), Nituration, nitrocarburation et dérivés, tech- ing, M 1 227, P3
- [64] PEYRE (J.P.), TOURNIER (C.) et BALDO (P.). Nituration par le procédé Alnat N. Caractéristiques du procédé, structure des couches réalisées.  
*Trait. Therm.*, no 219, mai 1988.
- [65] M. Baker et all, Heat Treating, Volume 4, ASM Handbook, New Age Industries, 1991.
- [66] H. Jack, Proceedings of Heat Treatment 73, Thermals Society, 39 (1975).
- [67] GHIGLIONE (D.), LEROUX (C) et TOURNIER (C.), pratique de traitement thermo-chimique, tech- ing, M 1 225, P4

- [68] LIGHTFOOT (B.J.) et JACK (H). – Kinetics of nitriding with and without white layers formation. *Heat Treat.*, 73, The Met. Soc., p. 59 à 65 (1975).
- [69] Ralph I, Stephens, Ali Fatemi et all, *Metal fatigue in engineering*, second edition. 1980.
- [70] L. Barrallier, *Genèse des contraintes résiduelles de nitruration*, thèse de Doctorat.
- [71] E. J. Mittemeijer, *Proceeding of Heat Treatment* 83, 161 (1983).
- [72] P. De la Cruz, M. Odén et T. Ericson, *Mater. Sci. Eng. A.* 242, 181 (1998).
- [73] J. Peters, R. Snoeys, and M. Maris, *Residual Stress in Grinding, Advanced Fabrication Processes, Conference Proceedings No. 256, Advisory Group for Aerospace Research and Development, Surface engineering, ASM V5*, 324.
- [74] Y. Sun, T. Bell, *Mat. Sci. Eng. A140*, 419 (1990).
- [75] K. Genel, M. Dmrikol, M. Çapa, *Mater. Sci. Eng. A279*, 207 (2000).
- [76] GERALD ZAMBELLI & LEO VINCENT: « Matériaux Et Contacts », Une approche tribologique.
- [77] JEAN-MARIE GEORGES : « Frottement, usure et lubrification », *La tribologie ou sciences des surfaces ; Edition Eyrolles.*
- [78] Joseph H. Tylczak, Albany Oregon, *ASM handbook, VOL 18, , page 16,*
- [79] H E F groupe, *Guide d'emploi des traitements de surface appliqués aux problèmes de frottement, édition tec et doc, 2000, P 08.*
- [80] S. DESCARTES, Y. BERTHIER, *Frottement et usure étudiés à partir de la rhéologie et des débits de 3ème corps issu d'un revêtement de MoSx (2001), Matériaux et Techniques, Vol. 1-2, pp. 3-12.*
- [81] J.D. Gates and G.J. Gore, *Wear of Metals: Philosophies and Practicalities, Mater. Forum, Vol 19, 1995, p 53-89*
- [82] M.M. Khrushov and M.A. Babichev, *Issledovaniya iznashivaniya metallov, Izdat. Akad. Nauk SSSR, 1960, p 889-893: Research on Wear of Metals, N.E.L. translation.*
- [83] H. Czichos, *Systems Approach to Wear Problems, Wear Control Handbook, M.B. Peterson and W.O. Winer, Ed., American Society of Mechanical Engineers, 1980, p 17-34*
- [84] P.H. Shipway and I.M. Hutchings, *The Role of Particle Properties in the Erosion of Brittle Materials, Wear, Vol 193, 1996, p 105-113*
- [85] J.D. Gates and G.J. Gore, *Wear of Metals: Philosophies and Practicalities, Mater. Forum, Vol 19, 1995, p 53-89*
- [86] Daniel Boitteli Claude HAZARD, *guide de maintenance, édition NATHAN, 1997, P (24,228).*
- [87] TITO GATTI: *TPM (Total productive management), Tech-Ing, NAG 840, 2006, P 5*
- [88] H.Chedli et all, *caractérisation des alliages a base de titane : influence d'un traitement de surfaces par nitruration, Ann. Chim. Sci. Mat, 2007.*
- [89] Geoffrey Parrish, *Carburizing Microstructure and properties, ASM international, 1999,*

- [90] David Pye, Practical nitriding and Ferritic Nitrocarburizing, ASM, 2003
- [91] G.E.Totten, steel heat treatment equipment and process design, CRC, 2007
- [92] G.E.Totten, steel heat treatment metallurgy and technologies, CRC, 2007
- [93] G.Totten, M Howes, T.Inoue, Handbook of residual stress and déformation of steel, ASM, 2002, P 189, 209, 248.
- [94] Helmut Mehrer, Diffusion in solids, springer, 2007
- [95] Grazyna Anttczak, Gert Ehrlich, Surface diffusion, university of Cambridge, 2010
- [96] William D. Callister Jr, Materials science and engineering, John Wiley, 2009, P54
- [97] A.Basu ,Y Datta Majundar. Corrosion resistance improvement of high carbon low alloy steel by plasma nitriding. Material letters 2008