



HAL
open science

Mise au point de surfaces résistant à des sollicitations de roulement glissement sous des pressions de contact élevées de 2,5GPa et jusqu'à 300°C : applications aux engrenages et aux transmissions par courroies

Natalia Loukachenko

► To cite this version:

Natalia Loukachenko. Mise au point de surfaces résistant à des sollicitations de roulement glissement sous des pressions de contact élevées de 2,5GPa et jusqu'à 300°C : applications aux engrenages et aux transmissions par courroies. Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2006. Français. NNT : 2006INPL088N . tel-01752556

HAL Id: tel-01752556

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01752556v1>

Submitted on 29 Mar 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE
Ecole des Mines de Nancy
Ecole Doctorale « Energie, Mécanique, Matériaux » (ED409)
LABORATOIRE DE SCIENCE ET GENIE DES SURFACES – UMR CNRS 7570

**MISE AU POINT DE SURFACES RESISTANT A DES SOLLICITATIONS DE
ROULEMENT - GLISSEMENT SOUS DES PRESSIONS DE CONTACT
ELEVEES DE 2,5GPa ET JUSQU'A 300°C. APPLICATIONS AUX
ENGRENAGES ET AUX TRANSMISSIONS PAR COURROIES**

THESE
présentée par

Natalia LOUKACHENKO

Devant l'Institut National Polytechnique de Lorraine
pour l'obtention du titre de

DOCTEUR DE L'INPL

Spécialité : Science et Ingénierie des Matériaux

Soutenue publiquement le 19 septembre 2006 devant la commission d'examen :

Président :	Madame	S. DENIS	Professeur – UHP
Rapporteurs :	Monsieur	G. MAEDER	Directeur de l'Ingénierie de Matériaux - RENAULT SAS
	Monsieur	J. FOCT	Professeur - Université de Lille
Examineurs :	Madame	F. LE STRAT	Direction de l'Ingénierie de Matériaux - RENAULT SAS
	Monsieur	M. GANTOIS	Directeur de thèse - Professeur Emérite - INPL
	Monsieur	J. DULCY	Ingénieur de Recherche - UMR CNRS 7570

REMERCIEMENTS

Cette étude a été réalisée en collaboration avec la société RENAULT dans le cadre d'un contrat CIFRE au Laboratoire de Science et de Génie des Surfaces (LSGS) de l'Ecole des Mines de Nancy dirigé successivement par Monsieur Henry MICHEL puis par Monsieur Jean-Philippe BAUER. Je tiens à leurs exprimer ma sincère gratitude pour m'avoir accueilli dans le laboratoire LSGS.

Je voudrais remercier tout spécialement Monsieur Michel GANTOIS, Professeur Emérite à l'INPL, d'avoir dirigé ce travail et d'avoir mis à ma disposition tous les moyens nécessaires à son bon déroulement (y compris son bureau). Ses compétences scientifiques, son expérience et l'intérêt constant qu'il a porté à ce travail ont été décisifs pour sa réalisation. Les nombreuses discussions que nous avons eues durant ces trois années, et plus particulièrement, les huit derniers mois, m'ont permis d'améliorer mon travail et surtout la rédaction de ce mémoire.

J'adresse mes plus sincères remerciements à Monsieur Jacky DULCY, Ingénieur de Recherche au CNRS, le co-directeur de cette thèse, pour sa gentillesse, sa disponibilité, ses encouragements, son soutien permanent et l'aide constante qu'il m'a apporté au quotidien. Je lui exprime ma profonde gratitude pour m'avoir fait bénéficier de ses grandes compétences dans de nombreux domaines (traitements thermochimiques et thermiques, mécanique, cristallographie, simulations numériques, utilisation du logiciel Thermocalc) et de ne pas avoir cessé de transmettre son savoir durant ces trois années. Je le remercie profondément pour sa contribution à la rédaction de ce mémoire.

Je dois également ce travail aux qualités et aux compétences de Madame Florence LE STRAT de la société RENAULT, qui m'a fait confiance pour la concrétisation de ce projet, qui a toujours répondu à mes demandes et qui m'a réservé l'accueil amical au Technocentre RENAULT. Je voudrais la remercier très chaleureusement pour son soutien, sa disponibilité et ses qualités humaines que j'ai pu apprécier tout au long de ces trois années.

Madame Sabine DENIS, Professeur à l'UHP, Monsieur Gérard MAEDER, Directeur de l'Ingénierie des Matériaux de la société RENAULT et Monsieur Jacques FOCT, Professeur à l'Université de Lille, trouvent ici l'expression de ma respectueuse reconnaissance pour l'honneur qu'ils me font d'être membres de mon jury.

Je n'oublie pas d'adresser mes remerciements à Monsieur Lazar TORCHANE pour ses compétences, son aide dans les réalisations des traitements thermochimiques et sa sympathie au quotidien.

Je poursuivrai mes remerciements en témoignant ma reconnaissance envers Mademoiselle Valérie DEMANGE, Chargé de Recherche au LSGS, d'avoir consacré

beaucoup de son temps pour m'initier et m'aider à faire mes premiers pas en microscopie électronique à transmission et avec le logiciel Carine Cristallographie. Son humour admirable dans ses e-mails et sa gentillesse sont autant de qualités que j'ai pu apprécier dans la vie de tous les jours.

Je voudrais également remercier Monsieur Abdelkrim REDJAIMIA, Professeur à l'INPL, pour son aide en microscopie électronique à transmission, avec qui j'ai passé de longues heures à tenter d'observer et d'analyser des microstructures et tout particulièrement les précipités de carbures ϵ .

Je suis également très heureuse d'avoir côtoyé Monsieur Christian ETIENNE, Technicien au LSGS, qui m'a consacré du temps tout au long de ces trois années et qui est devenu avec sa femme des amis chers de mon mari et de moi depuis ces trois ans. Je lui exprime ma sincère gratitude pour son aide, son amitié, sa sincérité, sa gentillesse et j'espère que nous aurons encore de nombreuses occasions de nous revoir.

Je suis très reconnaissante à Monsieur Jean-Bernard LEDEUIL, Ingénieur d'Etudes au LSGMM, pour son aide précieuse dans l'analyse de carbone et d'azote à la microsonde électronique.

Je remercie Monsieur Patrick Weisbeker, Ingénieur d'Etudes au LSGMM, pour m'avoir initié aux mesures des contraintes résiduelles par la diffraction des rayons X.

J'exprime ma gratitude à Mademoiselle Eliane Bocher de la société RENAULT de m'avoir accueilli très amicalement dans le service des contraintes résiduelles, de m'avoir fait bénéficier de ses compétences et d'avoir tenté de m'aider dans les mesures des contraintes, pas toujours très coopérantes. Je suis particulièrement sensible à la sympathie sincère qu'elle m'a témoignée.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Mesdames Clotilde CHARLES et Pascale BARBARIN de Centre Technique des Industries Mécaniques (CETIM) de Senlis pour leur aide, leur disponibilité et le temps qu'elles ont consacré aux mesures des contraintes résiduelles.

Les mesures de dureté à chaud ont été effectuées à l'Office National d'Etudes et Recherches Aérospatiales (ONERA). Je remercie ici Monsieur Bruno PASSILLY pour la qualité de son travail, son amabilité et sa disponibilité.

Merci également à Messieurs Aurélien RICHY et Pierre BECKING, Technicien et Ingénieur d'Etude de la Halle des Matériaux de Nancy pour leur aide, leur disponibilité et leur gentillesse.

Je tiens à remercier très chaleureusement Madame Marie-Claude LEHMANN pour sa sympathie, l'aide amicale et multiple qu'elle m'a apporté et qui m'a toujours permis de travailler dans les meilleures conditions. J'exprime de même toute ma reconnaissance à Mademoiselle Sylvie COLINET, Mesdames Martine WYRWAS, Martine SCHNEIDER et Valérie TAMBURINI.

Egalement merci à Francis KOSIOR, Ingénieur d'Etudes au LSGS, qui m'a consacré du temps à plusieurs reprises durant ces trois ans.

J'adresse toute ma gratitude à tout le personnel de l'atelier mécanique (Messieurs Patrice POIROT, Henri HUSSON et Jacques PATIES) pour leur efficacité, la qualité de leur travail et leur sympathie dans la vie de tous les jours.

J'exprime ma gratitude à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à ce travail :

- Madame Cécile PLOUZEAU et Monsieur Philippe CARON de la société RENAULT ;
- l'ensemble des membres de LSGS et de l'Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux (EEIGM) de Nancy;
- Madame Géraldine PIERSON de LSGMM pour son aide et sa sympathie ;
- l'ensemble du personnel du Service Commun de la Documentation de l'Ecole des Mines (plus particulièrement à Monsieur Philippe BORGNIET pour sa gentillesse, sa disponibilité et son efficacité) ;
- Monsieur Thierry UMORET du Service de Reproduction de l'Ecole des Mines ;
- Mademoiselle Catherine HOOKS, enseignante d'Anglais à l'Ecole des Mines de Nancy ;
- Et bien d'autre encore, Merci à tous !

Ma plus profonde reconnaissance s'adresse à cher Monsieur Jacques Dellacherie, Professeur à l'INPL, sans qui mon séjour en France n'aurait jamais eu lieu et qui m'a toujours soutenu dans mes démarches. Merci beaucoup pour votre présence, votre aide et votre sympathie. Je ne saurais trouver les mots pour vous exprimer toute ma gratitude.

Mes sincères hommages s'adressent à mes collègues : Aurore, Isabelle, Adeline, David, Vishnu, Eric, Alain, Rodrigo, Christine, Cédric, Nezrine, Nicolas pour tous les bons moments que nous avons passé ensemble.

Enfin, ma profonde affection s'adresse à mes chères *mère* LIDIA et *grand-mère* ANNA, qui m'ont donné tous leur amour, qui m'ont toujours soutenu et encouragé dans toutes mes démarches et mes activités, et tout particulièrement, à mon cher et adorable *mari* JUAN-MIGUEL, qui rend très agréable ma vie de tous les jours, pour son amour, sa patience, son aide et son soutien permanent.

SOMMAIRE

<i>INTRODUCTION GENERALE</i>	4
<i>CHAPITRE 1 : Présentation générale</i>	6
1.1. Introduction	6
1.2. Position du problème	6
1.2.1. Phénomène de la fatigue	6
1.2.2. Théorie de Hertz	7
1.2.3. Résistance du matériau à la fatigue de contact	9
1.3. Synthèse	10
1.4. Etude bibliographique de durcissement et de la mise en contraintes de compression au cours des traitements thermochimiques	12
1.4.1. Etude bibliographique de durcissement et de la mise en contraintes de compression par précipitation des nitrures	12
1.4.2. Etude bibliographique de durcissement et de la mise en contraintes de compression par traitement thermochimique suivi d'une trempe martensitique	16
1.5. Aspects généraux des traitements thermochimiques	18
1.5.1. Nitruration gazeuse	18
1.5.2. Carbonituration et cémentation en phase gazeuse	19
1.5.3. Contraintes de compression associées aux traitements de cémentation et de carbonituration	20
1.5.4. Principe de base d'une réaction hétérogène à l'interface gaz – solide	21
1.6. Méthodes expérimentales	25
1.6.1. Réacteur thermochimique : thermobalance LSGS, four pilote EEIGM	25
1.6.2. Techniques de caractérisation	27
1.6.2.1. Microscopie optique	27
1.6.2.2. Détermination de microdureté	27
1.6.2.3. Mesure de fraction massique d'azote et de carbone par microsonde électronique de Castaing	28

1.6.2.4. Analyse par spectrométrie de masse d'ions secondaires (SIMS)	31
1.6.2.5. Diffraction des rayons X	32
1.6.2.6. Détermination de la proportion d'austénite résiduelle	32
1.6.2.7. Détermination des contraintes résiduelles	33
1.6.2.8. Calcul de la distorsion c/a de la maille martensitique	33
1.6.2.9. Microscopie électronique par transmission	34
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 1	38

CHAPITRE 2 : Etude des conditions de stabilité et d'évolution des microstructures des différents modes de durcissement

2.1. Introduction	41
2.2. Durcissement par précipitation des nitrures de chrome des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13	42
2.2.1. Introduction	42
2.2.2. Durcissement des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 au cours du traitement de nitruration à 520°C	46
2.2.3. Stabilité des couches nitrurées des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 avec l'augmentation de la température de 300°C à 420°C	49
2.3. Durcissement par trempe martensitique associé à la précipitation de nitrures au cours d'un revenu: enrichissement en carbone et en azote des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4	55
2.3.1. Introduction	55
2.3.2. Durcissement par trempe martensitique des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 : traitement de carbonitruration profonde et à forte concentration en azote	58
2.3.3. Stabilité des couches carbonitrurées des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C	68
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 2	76

CHAPITRE 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

3.1. Introduction	78
3.1.1. Influence du silicium sur la stabilité de la phase martensitique au revenu	78
3.2. Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique de l'acier allié au silicium : cémentation de l'acier 15NiMoCr10	81
3.2.1. Introduction	81
3.2.2. Durcissement de l'acier 15NiMoCr10 au cours du traitement de cémentation	87
3.2.3. Stabilité des couches cémentées de l'acier 15NiMoCr10 avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C	102
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 3	115

CHAPITRE 4 : Conséquences mécaniques. Synthèse

4.1. Introduction	116
4.2. Résistance à la fatigue de contact des couches superficielles des aciers à la température de 300°C	117
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 4	127

CONCLUSION GENERALE 128

Annexe 1	131
Annexe 2	134
Annexe 3	140

INTRODUCTION
GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Les ensembles mécaniques de transmission de puissance sont de plus en plus sollicités par l'effet conjugué de l'accroissement de la puissance et des couples transmis, de la diminution de la dimension de composants résultant de la volonté de réduire les masses et de l'augmentation des vitesses de rotation.

Dans ces conditions, parmi les nombreux paramètres et critères devant être retenus dans la conception de ces mécanismes, les pressions de contact des surfaces et la température de fonctionnement sont deux paramètres très importants.

La société Renault qui a suscité cette étude a fixé ces deux paramètres à 2,5GPa pour la pression de contact et à 300°C pour la température de fonctionnement. Elle a souhaité d'autre part que les mécanismes de renforcement des surfaces soient étudiés sur les matériaux et avec des procédés de traitement de surface disponibles afin de pouvoir les mettre en œuvre rapidement à l'échelle industrielle.

C'est sur la base de ces objectifs que nous avons entrepris cette étude de la recherche du couple matériau – traitement de surface résistant aux phénomènes de fatigue de contact sous des pressions de 2,5GPa à une température de 300°C.

Les traitements thermochimiques par diffusion du carbone et de l'azote, permettent par la combinaison de plusieurs mécanismes d'améliorer les propriétés des couches superficielles des pièces en acier. Les mécanismes de durcissement et de la mise en contraintes de compression associés à des traitements thermochimiques sont les suivants :

- *Mécanisme de diffusion – précipitation* au cours d'un traitement thermochimique de nitruration, qui a pour objectif l'enrichissement en azote de la couche superficielle d'une pièce en acier à l'état bainitique résultant de la trempe et du revenu ;

- *Mécanisme de durcissement et de la mise en contraintes de compression par la transformation de phase de type martensitique*, obtenu par un traitement thermochimique de carbonitruration ou de cémentation.

Dans ce contexte, trois approches peuvent être envisagées pour répondre aux objectifs de ce travail :

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la précipitation de nitrures nanométriques au cours du traitement de nitruration profonde des aciers alliés au chrome;

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression associant, la transformation de phase de type martensitique obtenue au cours d'un traitement de carbonituration avec un enrichissement en azote plus important par rapport à la carbonituration conventionnelle, à la précipitation de nitrures au cours du revenu à 300°C d'aciers faiblement alliés ;

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement thermochimique de cémentation à la condition de les réaliser sur un acier contenant un élément d'alliage permettant de stabiliser la phase martensitique et d'éviter sa décomposition totale avant 300°C.

Au chapitre 1, nous abordons les paramètres influençant le comportement des pièces en mouvement relatif en fatigue de contact, les solutions existantes en terme de matériaux soumis à des sollicitations mécaniques et thermiques, ainsi que les possibilités des traitements en vue d'amélioration de la tenue en fatigue jusqu'à des températures élevées de l'ordre de 300°C.

Le chapitre 2 est consacré à l'étude des conditions de stabilité et de l'évolution en fonction de la température (jusqu'à 300°C) des microstructures des aciers après traitements thermochimiques de nituration et de carbonituration. La première partie de ce chapitre présente l'étude de durcissement par la précipitation de nitrures de chrome des deux nuances d'aciers industriels 32CrMoV13 et 32CrMoV5 au cours du traitement thermochimique de nituration. La deuxième partie présente l'étude du durcissement par la transformation de phase de type martensitique, obtenue au cours d'un traitement de carbonituration avec un enrichissement en azote plus important que par une carbonituration conventionnelle, pour permettre la précipitation éventuelle de nitrures au cours du revenu à 300°C d'aciers faiblement alliés de type 27MnCr5 et 27CrMo4.

Le chapitre 3 a pour objectif l'étude de la stabilité du durcissement et de la mise en contraintes de compression par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement thermochimique de cémentation réalisé sur un acier contenant un élément d'alliage permettant de stabiliser la phase martensitique et d'éviter sa décomposition totale avant 300°C.

Le chapitre 4 est dédié à la présentation des conséquences mécaniques des mécanismes de durcissement étudiés dans les chapitres précédents. Ce chapitre présente le comportement des matériaux après les traitements thermochimiques, à la température d'emploi, c'est-à-dire à 300°C, comparé à celui obtenu à la température ambiante.

CHAPITRE 1

1. Présentation générale

1.1. Introduction

Les travaux réalisés jusqu'à maintenant ont conduit à une évolution dans les choix des matériaux pour les systèmes de transmission et des traitements de surface employés. Toutefois, ces travaux ne prennent pas en compte le maintien des propriétés mécaniques à des niveaux de température de 300°C pendant plusieurs centaines d'heures.

Après avoir présenté le phénomène de la fatigue et les paramètres influençant le comportement des pièces en mouvement relatif, nous allons aborder dans ce premier chapitre les solutions existantes en terme de matériaux soumis à des sollicitations mécaniques et thermiques, ainsi que les possibilités des traitements des matériaux en vue d'amélioration de la tenue en fatigue de contact sous des pressions de 2,5GPa jusqu'à des températures de l'ordre de 300°C afin de justifier la démarche adoptée dans cette étude pour répondre aux objectifs.

1.2. Position du problème

1.2.1. Phénomène de la fatigue

La fatigue est la modification des propriétés des matériaux sous des efforts ou des déformations variables et répétés. En général, ce terme décrit les défaillances qui conduisent à la fissuration et à la ruine des matériaux. La fatigue correspond à une succession de phénomènes complexes : écrouissage, détérioration locale du matériau, l'apparition des premières microfissures, puis la progression lente ou rapide de ces microfissures, qui aboutit à la rupture finale de la structure [1.1].

En tant que mode de dégradation, la fatigue est associée à 50 à 90% des cas de défaillances des systèmes mécaniques dans l'industrie automobile. Il est donc important de prendre en compte ce phénomène dans la conception des pièces en contact fortement chargées.

Lorsque la zone endommagée des pièces en contact est très proche de la surface (une dizaine de microns), nous parlons de *fatigue superficielle* ; lorsque les zones affectées sont un peu plus profondes, il s'agit de *fatigue de contact* [1.2-1.3]. Dans le cadre de cette étude, les pièces d'automobile soumises à des sollicitations multiples combinées en roulement et en glissement, subissent à un phénomène de fatigue de contact, puisque les contraintes les plus

néfastes sont créées sous la surface et elles engendrent la détérioration des éléments à partir du cœur même de la matière.

1.2.2. Théorie de Hertz

La théorie de Hertz, établie en 1881, permet de comprendre le système complexe de contraintes s'exerçant dans les couches superficielles des corps en contact suite à des sollicitations en surface. Elle permet de déterminer les dimensions de l'aire de contact, la distribution des contraintes et des déformations en les reliant à la pression de contact, à la géométrie et aux propriétés mécaniques élastiques des solides [1.2].

Les formulations de la théorie de Hertz dépendent du type de contact considéré. Les configurations possibles sont :

- Contact elliptique (deux tonneaux) ;
- Contact circulaire (deux sphères) ;
- Contact linéique (deux cylindres).

Nous prendrons en compte la dernière configuration (contact linéique), qui correspond au contact entre deux engrenages, où l'aire de contact entre deux pièces est une bande de largeur déterminée.

Nous pouvons démontrer à l'aide de la théorie de Hertz (figure 1.1) qu'il existe en sous-couche du matériau un point, dit point de Hertz, où la contrainte de cisaillement, qui est la contrainte la plus critique, est maximale et égale :

$$\tau_{\max} = 0,3 * p \quad (1.1)$$

ou p est la pression de contact.

Ce point de Hertz se situe à une profondeur qui augmente proportionnellement à la racine cubique de la charge appliquée [1.4].

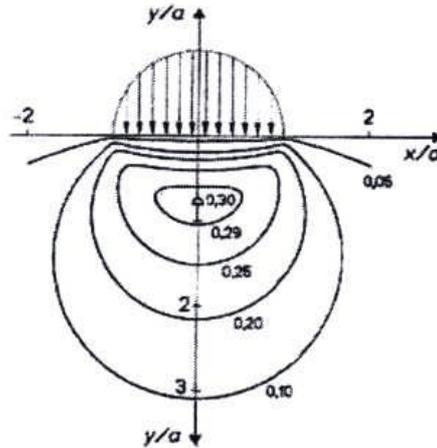


Figure 1.1. Courbes de niveaux d'isovaleurs pour la contrainte de cisaillement [1.2]

Dans un contact entre deux engrenages (cas de contact linéique) le cylindre de rayon r appuyant avec une pression p sur une surface plane constituée d'un matériau de même module d'Young E , cette profondeur e est donnée par la formule suivante [1.5]:

$$e = 0,5 * \sqrt[3]{\frac{p^* r}{E}}$$

En faisant, à titre d'exemple, les calculs avec $p = 2,5\text{GPa}$, $E = 210\text{ GPa}$ (engrenage en acier), $r = 10$ et 30mm [1.2], nous obtenons les profondeurs $e = 0,17\text{mm}$ et $0,3\text{mm}$ respectivement, où la contrainte de cisaillement est maximale. Avec l'augmentation de rayon r de l'engrenage la zone d'existence de la contrainte de cisaillement maximale se déplace vers le cœur du matériau. L'existence de cette contrainte maximale en sous-couche peut être à l'origine de la fissuration, qui apparaît sous la surface et qui se propage très loin avant de conduire à un écaillage.

Ces calculs donnent une idée assez précise de ce qui se passe en dynamique dans un contact entre deux engrenages en roulement pur.

Quand nous superposons au phénomène de roulement un glissement sans frottement, nous avons la solution précédente pour la contrainte τ_{\max} .

Quand nous superposons au phénomène de roulement un glissement avec frottement, le glissement va modifier la distribution des contraintes dans les couches superficielles du matériau. Le maximum de la contrainte de cisaillement se produit en un point plus proche de la surface de contact et il est déplacé parallèlement à la direction de glissement (figure 1.2, coefficient de frottement = 0,20) [1.4].

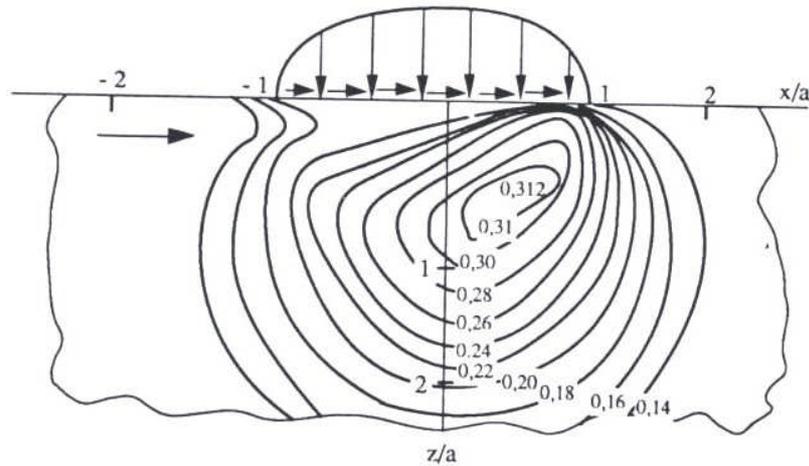


Figure 1.2. Courbes de niveaux d'isovaleurs pour la contrainte de cisaillement dans le cas d'un contact en roulement – glissement avec frottement [1.4]

Nous concevons assez bien, dans ces conditions, que la qualité de la matière au sein de laquelle s'exercent ces contraintes ait une importance primordiale pour la durée de vie des pièces en mouvement. Il convient donc que le point de Hertz, où la contrainte de cisaillement est maximale soit dans une région où la résistance du matériau constituant la pièce soit suffisante vis-à-vis d'un phénomène de fatigue de contact.

La résistance du matériau se traduit par l'introduction des contraintes résiduelles de compression (qui empêchent la fissuration du matériau) dans les couches superficielles des pièces sollicitées, tout en ayant une structure résiliente et ductile à cœur. Les contraintes résiduelles de compression en se superposant avec les contraintes appliquées, réduisent les contraintes moyennes dans la zone affectée et retardent l'amorçage et la propagation des fissures en sous-couche du matériau [1.6-1.7].

1.2.3. Résistance du matériau à la fatigue de contact

La théorie de Hertz montre l'existence d'un point en sous-couche du matériau (point de Hertz), où la contrainte de cisaillement est maximale et égale à $0,3 \cdot p$ (où p est la pression de contact). Pour la pression de contact p de $2,5 \text{ GPa}$, la valeur de la contrainte maximale de cisaillement τ_{\max} devient (formule 1.1 dans le paragraphe 1.2.2):

$$\tau_{\max} = 0,3 \cdot p = 0,3 \cdot 2,5 \text{ GPa} = 750 \text{ MPa}$$

Il existe des critères, qui permettent de savoir si l'état du matériau est en sécurité ou en danger en une zone définie (dans notre cas c'est la zone où la contrainte de cisaillement est maximale).

Le critère de Tresca, qui fait intervenir la contrainte de cisaillement maximale, permet de définir un état limite, à partir duquel le matériau résiste aux sollicitations appliquées. D'après le critère de Tresca, la contrainte de cisaillement maximale τ_{\max} ne doit pas dépasser un seuil égal à la moitié de la limite d'élasticité du matériau σ_e (MPa) pour résister à des sollicitations [1.2]:

$$\tau_{\max} \leq \frac{\sigma_e}{2}$$

D'après nos calculs de la contrainte maximale de cisaillement, la limite d'élasticité du matériau doit être de l'ordre de 2300-2500MPa (avec le rapport de $(\sigma_e/2)/\tau_{\max}$ de 1,5 – 50% de sécurité) pour résister à un phénomène de fatigue de contact sous des pressions de l'ordre de 2,5GPa. Cette valeur de la limite élastique σ_e permet d'estimer les niveaux de la dureté, que le matériau doit avoir. Plusieurs auteurs ont établi des équations permettant de corréler les valeurs de la dureté avec les caractéristiques mécaniques du matériau comme la limite élastique. Tabor [1.2] montre qu'il existe une relation linéaire entre la dureté Vickers (MPa) d'un corps solide et sa limite d'élasticité σ_e :

$$HV = 3 * \sigma_e \quad (1.2)$$

où σ_e est la limite d'élasticité du matériau (MPa) ;

HV est la dureté Vickers du matériau (MPa).

Il est nécessaire de préciser que cette formule n'est valable que pour un matériau isotrope ne possédant pas de texture cristallographique [1.2].

Les calculs effectués à l'aide de la formule 1.2 montrent, que le matériau recherché doit avoir les niveaux de la dureté de l'ordre de 690-750HV (ou $690*10^7-750*10^7$ Pa) sur une profondeur de 0,6 à 1mm. Cette profondeur est nécessaire si la contrainte de cisaillement maximale se trouve à 0,3mm de la surface comme le montre le calcul effectué au paragraphe 1.2.2.

1.3. Synthèse

Les calculs effectués à l'aide de la théorie de Hertz et du critère de Tresca montrent, que pour répondre aux objectifs de cette étude, il faut développer à la surface des pièces des

couches suffisamment épaisses (de 0,6 à 1mm de profondeur), présentant des contraintes de compression importantes associées à une dureté élevée stables jusqu'à 300°C.

Les traitements de surfaces susceptibles de conduire à des niveaux de dureté élevées (690-750HV) avec des profondeurs efficaces supérieures à 0,6mm sont peu nombreux. Nous pouvons les classer en fonction des modes de durcissement et de la mise en contraintes de compression des surfaces des aciers en deux catégories :

► Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la transformation en surface de type martensitique. Dans cette catégorie nous retrouvons :

- *Les traitements thermiques* : Au cours de traitement thermique de la surface des aciers la couche superficielle de la pièce est soumise à un cycle thermique de chauffage et de refroidissement rapide : chauffage par induction, laser, bombardement électronique, etc. Les traitements thermiques de la surface des aciers permettent d'obtenir simultanément une mise en compression de la surface et des duretés élevées aux températures ambiantes par la transformation de l'austénite en martensite lors de la trempe. En revanche, les propriétés obtenues après les traitements thermiques ne restent pas stables et évoluent avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C [1.5, 1.8-1.9].

- *Les traitements thermochimiques de cémentation et de carbonitruration* : Les traitements thermochimiques de cémentation et de carbonitruration mettent à profit la transformation de l'austénite, essentiellement en martensite, favorable au durcissement de la couche superficielle et à la génération de contraintes résiduelles de compression, obtenue par une opération de trempe. Le traitement comprend une étape d'enrichissement en carbone (et en azote dans le cas de carbonitruration) d'une couche superficielle de la pièce portée dans le domaine austénitique, suivie d'une étape de refroidissement rapide par trempe [1.5, 1.10-1.13].

► Le durcissement et la mise en contraintes de compression par précipitation. Dans cette catégorie nous retrouvons :

- *Le traitement thermochimique de nitruration* : Ce traitement a pour objectif l'enrichissement en azote de la couche superficielle d'une pièce en acier à l'état bainitique résultant de la trempe et du revenu. L'enrichissement en azote provoque un durcissement et une génération de contraintes de compression par mécanisme de diffusion – précipitation en présence d'éléments d'alliage ayant une forte affinité pour l'azote (Al, Cr, V etc..) et susceptibles de donner, en se combinant avec l'azote, une très fine dispersion de nitrures. Ces nitrures cohérents ou semi-cohérents ont des dimensions de l'ordre nanométrique et ils sont

des obstacles efficaces au mouvement des dislocations. La précipitation des nitrures conduit à une augmentation du volume de la couche superficielle d'une pièce, ce qui génère des contraintes de compression. Le phénomène de précipitation se déroule au cours du maintien à la température de traitement [1.5, 1.14-1.18].

Les *traitements thermochimiques* peuvent conférer à une pièce en acier des propriétés superficielles telles que l'augmentation de la résistance à la fatigue, l'amélioration de la résistance au grippage, au collage par adhésion et à l'usure par frottement [1.5]. Y. Desalos [1.19], D. Couratin [1.15] et R. Leveque [1.20] ont montré, que les traitements thermochimiques répondent au mieux vis-à-vis de la tenue en fatigue de contact des pièces de pignonnerie à la température ambiante. Les traitements thermochimiques semblent alors, pouvoir répondre aux objectifs à condition d'optimiser les paramètres de traitement et faire un choix du matériau ayant la capacité de garder après traitement des caractéristiques mécaniques (dureté et contraintes de compression) suffisantes jusqu'à 300°C.

Dans les paragraphes suivants, nous présentons la synthèse bibliographique sur les solutions existantes en terme d'aciers en vue de l'amélioration de la tenue en fatigue de contact, ainsi que les aspects généraux des traitements thermochimiques.

1.4. Etude bibliographique de durcissement et de la mise en contraintes de compression au cours des traitements thermochimiques

1.4.1. Etude bibliographique de durcissement et de la mise en contraintes de compression par précipitation des nitrures

L'étude bibliographique [1.16-1.17, 1.21-1.26] montre, que le durcissement et la génération des contraintes résiduelles de compression des aciers alliés au chrome du type 32CrMoV13 obtenus après le traitement thermochimique de nitruration sont attribués à la précipitation des nitrures de chrome de type CrN, qui sont semi-cohérents avec la matrice fer α et possèdent une structure cubique à faces centrées (CFC). La caractérisation structurale des nitrures de chrome de type CrN a été étudiée dans notre équipe dans le cadre de la thèse de C. Ginter [1.27]. Les précipités des nitrures de chrome de type CrN semi-cohérents avec la matrice fer α ont une forme de plaquettes d'environ 10nm en longueur et de 1 à 2nm d'épaisseur [1.27] et ils sont des obstacles efficaces au mouvement des dislocations.

J. Dulcy et M. Gantois [1.16-1.17] indiquent que le durcissement par précipitation des nitrures de chrome de type CrN au cours du traitement de nitruration à 520°C-55h-Kn = 0,88 des aciers du type 32CrMoV13 et 32CrMoV5 conduit à des couches nitrurées avec la

microdureté maximale de l'ordre de $850\text{HV}_{0,2}$ et la profondeur efficace de $450\mu\text{m}$ (figures 1.3-1.4).

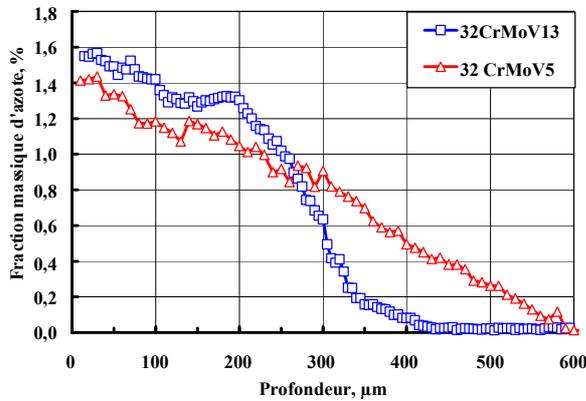


Figure 1.3. Profils de fraction massique d'azote des aciers 32CrMoV13 et 32CrMoV5 après traitement de nitruration à 520°C -55h-Kn = 0,88 [1.16-1.17]

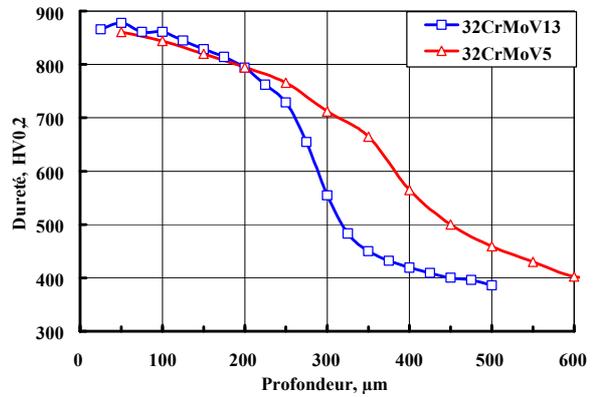


Figure 1.4. Profils de microdureté des aciers 32CrMoV13 et 32CrMoV5 après traitement de nitruration à 520°C -55h-Kn = 0,88 [1.16-1.17]

Dans les mêmes travaux [1.16-1.17] les auteurs montrent l'effet de la température de traitement de nitruration (entre 520 et 550°C) sur les propriétés de l'acier de type 32CrMoV5 (figures 1.5-1.6).

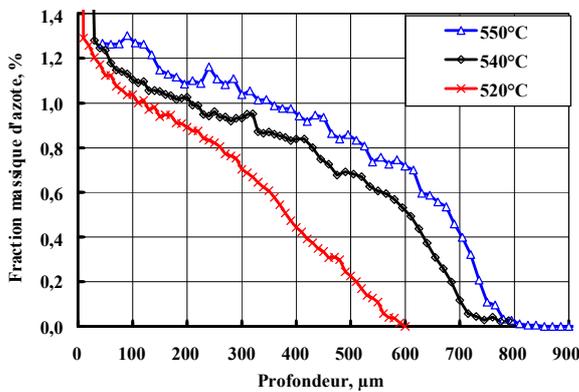


Figure 1.5. Profils de fraction massique d'azote de l'acier 32CrMoV5 après traitement de nitruration à 520°C - 540°C - 550°C -48h-Kn = 1 [1.16-1.17]

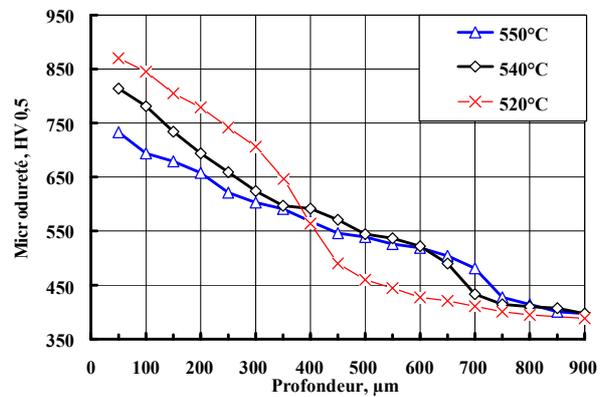


Figure 1.6. Profils de microdureté de l'acier 32CrMoV5 après traitement de nitruration à 520°C - 540°C - 550°C -48h-Kn = 1 [1.16-1.17]

Plus la température de traitement de nitruration augmente (entre 520 et 550°C) plus la concentration en azote s'accroît en sous couche (influence de la température de diffusion)

cependant que la microdureté en sous couche diminue (effet de la température sur les mécanismes de précipitation – coalescence des nitrures de chrome de type CrN) [1.16-1.17].

J. Barralis, L. Castex et J. C. Chaize [1.28] ont étudié l'influence de la température (de 520 à 550°C) et de la durée (de 25 à 90h) du traitement de nitruration sur les profils des contraintes résiduelles de l'acier allié au chrome du type 32CrMoV13. Les principaux résultats de cette étude sont présentés sur les figures 1.7-1.8.

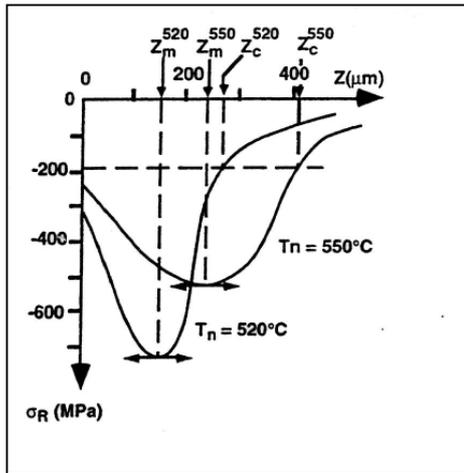


Figure 1.7. Evolution des contraintes résiduelles dans les couches superficielles de l'acier 32CrMoV13 en fonction de la température de traitement de nitruration (520°C-25h et 550°C-25h) [1.28]

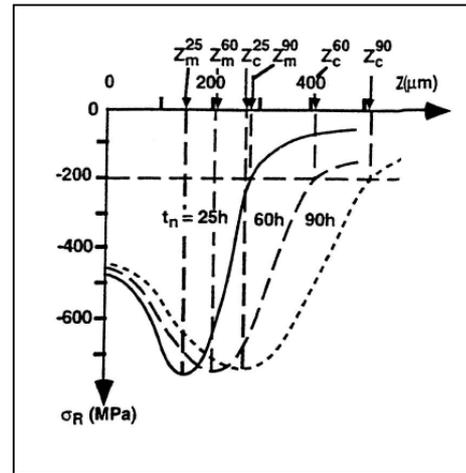


Figure 1.8. Evolution des contraintes résiduelles dans les couches superficielles de l'acier 32CrMoV13 en fonction de la durée de traitement de nitruration à 520°C pendant 25, 60 et 90h [1.28]

L'augmentation de la température de traitement de nitruration de l'acier 32CrMoV13 de 520°C-25h à 550°C-25h (figure 1.7) entraîne une diminution du maximum de contrainte de compression de -750 à -530MPa, un déplacement de la profondeur Z_m où se trouve ce maximum vers le cœur de l'acier et une augmentation de l'épaisseur de la couche mise en compression Z_c de 270 à 400 μm . Cette dernière est définie comme étant l'épaisseur de couche où σ_R est supérieure à -200MPa [1.28].

Une augmentation de la durée du traitement de nitruration de l'acier 32CrMoV13 à 520°C de 25 à 90h (figure 1.8) entraîne un déplacement du maximum de contrainte vers le cœur de la pièce sans variation notable de sa valeur et une augmentation de l'épaisseur de la couche mise en compression Z_c de 270 à 500 μm [1.28].

L. Castex, J. Barralis et J. C. Chaize [1.29] montrent, que la nitruration profonde permet d'améliorer la tenue en fatigue de contact des galets en acier du type 32CrMoV13. L'essai est menée en roulement – glissement à faible vitesse de glissement ($v_g = 0,58\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$), à

la pression de Hertz $P = 2,5\text{GPa}$ en régime lubrifié avec de l'huile maintenue à la température de 80°C . Le tableau 1.1 résume les résultats de la détermination des durées de vie en fatigue de contact dans les deux cas de traitements thermo-chimiques de nitruration de l'acier du type 32CrMoV13 avec les profondeurs de nitruration de 330 et $720\mu\text{m}$.

Tableau 1.1. Résultats des essais de fatigue à faible vitesse de glissement de l'acier 32CrMoV13 nitruré [1.29]

Type de nitruration	Nombre de cycles (jusqu'à l'amorçage des fissures)
avec la profondeur de nitruration de $330\mu\text{m}$	$2,2*10^6$
avec la profondeur de nitruration de $720\mu\text{m}$	$5,8*10^6$

P. Poessel [1.30] a analysé la durée de vie en fatigue de contact de l'acier 32CrMoV13 nitruré profond (la dureté maximale est de l'ordre de $950\text{HV}_{0,2}$, la maximum de contraintes de compression est de -450MPa , la profondeur nitrurée est de l'ordre de $650\mu\text{m}$), utilisé pour la fabrication des engrenages de boîtes de transmission d'hélicoptères.

Les essais sont effectués sur les galets en roulement ou en roulement - glissement combinée et menées jusqu'à 10^7 cycles (sauf en présence d'un indicateur d'endommagement en cours d'essai) en régime lubrifié avec la température de l'huile de 80°C . Ils montrent, que le risque d'amorçage des fissures augmente avec le niveau de chargement. Au niveau de chargement maximal ($P = 3,5\text{GPa}$) et dans les conditions de roulement pur, un amorçage des fissures est remarqué au bout de $2,43*10^6$ cycles, alors qu'au niveau de chargement $P = 2,5\text{GPa}$ l'amorçage est observé au bout de 10^7 cycles [1.30].

La présence du glissement entraîne un endommagement surfacique plus important que celui engendré en conditions de roulement pur ($P = 2,5\text{GPa}$: l'amorçage est observé au bout de $2,5*10^6$ cycles pour le taux de glissement égal à 0,03 ; ce taux de glissement correspond à la vitesse de glissement $v_g = 1,4\text{m*s}^{-1}$) [1.30].

L'étude bibliographique effectuée montre, que le durcissement et la mise en contraintes de compression par la précipitation des nitrures nanométriques des aciers alliés au chrome du type 32CrMoV13 au cours du traitement de nitruration profonde apporte la solution au problème posé tout au moins à la température ambiante.

L'étude des conditions de stabilité et de l'évolution en fonction de la température (jusqu'à 300°C) des microstructures des aciers alliés au chrome du type 32CrMoV13 au cours du traitement de nitruration est présentée dans le deuxième chapitre de ce mémoire.

1.4.2. Etude bibliographique de durcissement et de la mise en contraintes de compression par traitement thermochimique suivi d'une trempe martensitique

Plusieurs auteurs ont étudié le durcissement et la mise en contraintes de compression par trempe martensitique après enrichissement en carbone et en azote (traitements thermochimiques de cémentation et de carbonituration) en vue de l'amélioration des propriétés mécaniques des pièces en acier pour pignonnerie.

D. Couratin [1.15] montre, que le traitement de carbonituration conventionnelle classique à 890°C suivi de la trempe dans l'huile à la température ambiante couramment pratiqué dans l'industrie automobile sur la pignonnerie de boîte de vitesses en 20MnCr5 conduit à l'obtention des couches carbonitrurées avec la microdureté maximale de l'ordre de 850HV_{0,5}, la fraction massique de carbone en surface de 0,75% et la fraction massique d'azote en surface de 0,25% (figure 1.9).

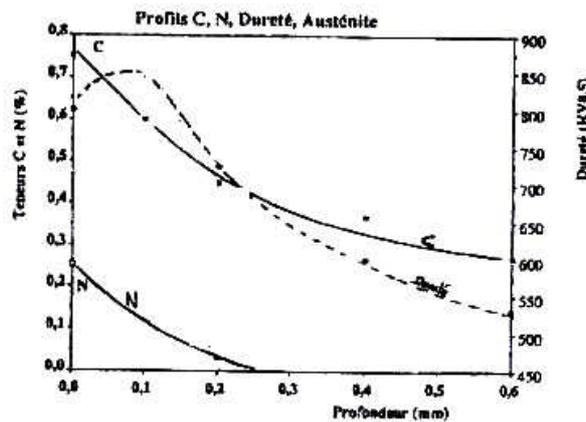


Figure 1.9. Exemple des profils de microdureté, de fraction massique de carbone et d'azote et de profil en austénite résiduelle de l'acier 20MnCr5 après traitement de carbonituration conventionnelle classique [1.15]

D. Couratin et A. Guimier [1.31] ont étudié l'influence des sollicitations thermiques sur les propriétés des pièces en acier 16CrMo4 cémentés, trempés à l'huile à 60°C et grenillés. Ils ont montré que l'effet des sollicitations thermiques de l'ordre de 80°C-1h change peu le niveau des contraintes résiduelles. Les contraintes résiduelles diminuent de 30% après le traitement de revenu à 125°C-1h, de moitié avec l'augmentation de la température jusqu'à 150°C-1h et d'environ 66% après le traitement de revenu à 185°C-1h.

A. Guimier, Y. Pourprix et J.F. Flavenot [1.32] ont étudié l'influence de l'épaisseur de la couche cémentée et de la température de la trempe après l'enrichissement en carbone au

cours de la cémentation sur les propriétés finales. Ils montrent, que le traitement de cémentation effectué sur l'acier 20CrMo4 à 900°C (profondeurs de cémentations 0,5 et 1mm) conduit après les trempes à l'huile à 60 et 180°C a des niveaux similaires des contraintes résiduelles de compression (de l'ordre de -450MPa).

Y. Watanabe et al. [1.33] concluent que après le traitement de carbonitruration d'une nuance d'acier 20Cr4 avec un enrichissement en azote plus important (pourcentage de l'ammoniac $\text{NH}_3 = 8\%$) par rapport au traitement de carbonitruration conventionnelle (pourcentage de l'ammoniac $\text{NH}_3 = 1\%$), la résistance à l'adoucissement de la couche carbonitrurée au cours du revenu effectué à 300°C est supérieure à la résistance du même acier cémenté, ce qui est liée, selon les auteurs, à la précipitation de nitrures de fer du type $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$. Ces auteurs annoncent que le niveau de microdureté de l'acier 20Cr4 après le revenu à 300°C reste élevé.

L'étude bibliographique montre que les traitements thermochimiques de carbonitruration ou de cémentation conventionnelle des aciers du type 27MnCr5 et 27CrMo4 ne permettent pas d'apporter la solution au problème posé dans ce travail, puisque les propriétés de ces aciers évoluent avec l'augmentation de la température. Le durcissement et la mise en contraintes de compression au cours d'une carbonitruration ou d'une cémentation conventionnelle sont le résultat d'une transformation martensitique. La phase martensitique formée n'est pas stable à 300°C. En effet, la structure martensitique obtenue dans un acier au cours de la trempe est métastable à la température ambiante et l'augmentation de la température provoque un retour plus ou moins important vers l'état d'équilibre. Dans la littérature [1.34-1.35], lors que l'on décrit les phénomènes se produisant au cours de revenu de la structure martensitique, les auteurs distinguent trois stades :

- *le premier, entre 20 et 150°C* : Dès le début du chauffage, le carbone tend à quitter les sites qu'il occupe dans la maille quadratique de la martensite. Il commence par ségréger vers les défauts du réseau ; la maille de la martensite commence à perdre ainsi une petite partie de son caractère quadratique ;

- *le deuxième, entre 150 et 250°C* : A partir d'environ 150°C, on commence à détecter une précipitation de très fines particules de dimensions de l'ordre de 2nm qui se fait sous la forme du « *carbure ϵ* » ($\text{Fe}_{2,4}\text{C}$) éventuellement accompagné (dans certains aciers à haute teneur en carbone), d'un autre carbure de fer, le « *carbure de Hägg* » ou *carbure χ* (Fe_5C_2) qui apparaît dans les joints des macles de la martensite ; ces deux carbures sont hors équilibre et donc métastables. Cette précipitation s'accompagne d'une diminution importante de la distorsion de la maille quadratique de la martensite et de la décomposition de l'austénite résiduelle ;

- *le troisième, entre 250 et 450°C* : On constate, simultanément et progressivement, l'apparition de la cémentite Fe_3C en forme de plaquettes dans la microstructure et la disparition des autres types de carbure de fer (carbures ϵ et χ), et, conséquence de précipitation totale du carbone, on assiste au retour complet de la maille du fer à sa forme cubique centrée d'équilibre. Toutes ces évolutions progressives ramènent l'alliage fer – carbone à son état d'équilibre chimique fer α cubique centre + cémentite qui est pratiquement atteint vers 450°C.

Suite au processus de retour de la microstructure vers l'équilibre chimique avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C, les propriétés mécaniques des couches se détériorent : la diminution de la dureté et la relaxation des contraintes résiduelles se produisent [1.34-1.35].

Pour atteindre nos objectifs, nous pouvons envisager deux options :

- Rechercher le durcissement et la mise en contraintes de compression par la transformation de phase de type martensitique, obtenue au cours d'un traitement de carbonituration avec un enrichissement en azote plus important que par une carbonituration conventionnelle, pour permettre la précipitation éventuelle de nitrures nanométriques au cours du revenu à 300°C. Le traitement proposé par Y.Watanabe et al. [1.33] peut être utilisé comme référence. L'étude du durcissement des aciers faiblement alliés de type 27MnCr5 et 27CrMo4 dans ces conditions est présentée dans le deuxième chapitre de ce mémoire.

- Rechercher le durcissement et la mise en contraintes de compression par la trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement thermochimique de cémentation à la condition de les réaliser sur un acier contenant un élément d'alliage permettant de stabiliser la phase martensitique et d'éviter sa décomposition totale avant 300°C. L'étude bibliographique montre [1.34-1.35], que l'élément pouvant stabiliser la phase martensitique, est le silicium. L'étude de la stabilité du durcissement et de la mise en contraintes de compression par la trempe martensitique au cours d'un traitement thermochimique de cémentation réalisé sur une nuance d'acier contenant du silicium est proposé dans le troisième chapitre.

1.5. Aspects généraux des traitements thermochimiques

1.5.1. Nitruration gazeuse

Le traitement thermochimique de nitruration gazeuse s'effectue généralement dans un mélange de gaz d'ammoniac et d'azote et à une température comprise entre 500 et 570°C, inférieure à la température de transformation eutectoïde à 590°C du système binaire fer -

azote pour éviter l'apparition de l'austénite. La profondeur de nitruration est définie par la distance entre la surface et la couche dont la dureté est supérieure de celle du cœur de 100HV.

Le traitement de nitruration est pratiqué sur des aciers à l'état trempé et revenu. Il est nécessaire que le revenu soit réalisé à une température supérieure à celle du traitement superficiel de nitruration (typiquement 20 à 50°C), afin que les caractéristiques du matériau de base ne subissent pratiquement aucune modification ou des modifications mineurs, ce qui garantit des propriétés mécaniques stables [1.18].

1.5.2. Carbonitruration et cémentation en phase gazeuse

La cémentation et la carbonitruration gazeuses se font soit à partir d'un mélange conventionnel CO - H₂ soit à partir des hydrocarbures (méthane, propane) et de gaz contenant de l'ammoniac (carbonitruration).

L'atmosphère conventionnelle CO - H₂ est caractérisée par une grandeur fondamentale appelée *potentiel carbone* P_c [1.10, 1.36]. Le *potentiel carbone* d'une atmosphère est égal à la fraction massique du carbone dans le métal en équilibre thermodynamique avec cette atmosphère : autrement dit, c'est la fraction massique du carbone atteinte par un échantillon d'acier au bout d'un temps infini, à une température donnée, en présence d'une atmosphère comportant des éléments carburants. Il y a carburation, si, initialement, l'activité du carbone dans l'acier est inférieure à l'activité du carbone de l'atmosphère. Dans le cas inverse, il y a décarburation de l'acier. Quand ces deux variables sont égales, le système est à l'équilibre et n'évolue pas.

La température de cémentation en phase gazeuse est supérieure à la température A_{c3} (elle est généralement comprise entre 925 et 975°C). Cet intervalle de température situé dans le domaine austénitique favorise la solubilité du carbone. La profondeur de la couche traitée dépend du temps et de la température de traitement.

Le traitement thermochimique de carbonitruration est généralement effectué à des températures de l'ordre de 850 à 900°C.

Cémentation et carbonitruration sont deux traitements thermochimiques voisins. Dans les deux cas, l'élément principal de diffusion est le carbone. L'azote dans le cas de carbonitruration comme le carbone, diffusent en solution solide d'insertion dans le fer. Toutefois l'azote est utilisé pour son aptitude à modifier la cinétique de la transformation martensitique.

L'azote en solution solide dans l'austénite a des effets importants sur la microstructure et les propriétés finales du matériau. L'enrichissement en azote de l'austénite abaisse fortement le point M_s du début de transformation martensitique et son effet s'ajoute à celui de

carbone. Une couche carbonitrurée contiendra donc plus d'austénite résiduelle qu'une couche cémentée à teneur en carbone équivalente avec toutes les conséquences que cela peut avoir sur les propriétés du matériau [1.5].

1.5.3. Contraintes de compression associées aux traitements de cémentation et de carbonitruration

Les contraintes de compression résultent de la trempe réalisée après l'enrichissement en carbone (le traitement de cémentation) ou en carbone et azote (le traitement de carbonitruration). La fraction massique de carbone à la surface de la pièce en acier étant voisine de 0,6-0,8% la transformation de l'austénite en martensite au cours de la trempe se traduit par une dureté élevée de la surface. Le champ de contraintes de compression résulte de la chronologie de la transformation de l'austénite dans la pièce au cours de la trempe.

L'établissement de ce champ de contraintes résiduelles est le résultat de l'intervention simultanée de facteurs très complexes à la fois thermiques, géométriques et métallurgiques. Nous pouvons développer un argument qualitatif concernant l'aspect métallurgique de la génération des contraintes résiduelles au cours de l'opération de trempe.

La température du point Ms est fortement dépendante de la fraction massique de carbone de l'acier (figure 1.10), ainsi la température de Ms à la surface de l'acier cémenté ou carbonitruré est plus basse (car la fraction massique de carbone à la surface de la pièce est voisine de 0,6-0,8%), d'environ 300°C que la température du point Ms du cœur dont la fraction massique de carbone est de l'ordre de 0,1-0,2% (acier à faible fraction massique de carbone).

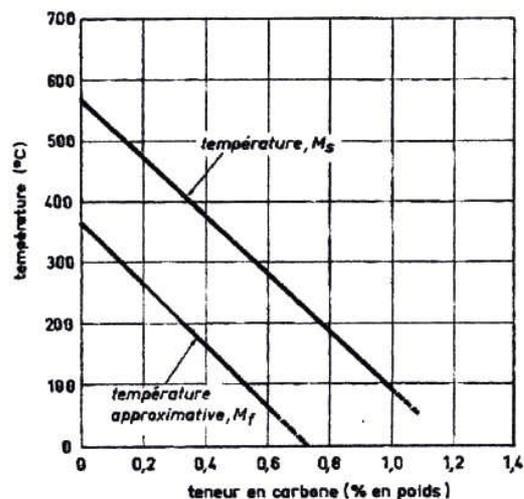


Figure 1.10. Influence de la fraction massique de carbone sur la température de début Ms et de fin Mf de transformation martensitique [1.16]

Cet argument permet de comprendre l'origine du champ de contraintes. Bien que le cœur se refroidisse plus lentement la température de début de transformation de l'austénite y est atteinte en premier. L'accroissement de volume du cœur est facilement accommodé plastiquement par les zones périphériques de la pièce qui sont encore à l'état austénitique et à des températures de l'ordre de 300°C.

Lorsque la couche superficielle riche en carbone subit la transformation martensitique, le cœur déjà transformé et occupant un volume très important par rapport aux couches superficielles se comporte comme un corps rigide qui impose ses dimensions empêchant l'expansion accompagnant l'accroissement de volume dû à la transformation martensitique. En conséquence de cette « contrainte dimensionnelle », les couches superficielles riches en carbone sont mises en compression et la zone centrale en traction pour satisfaire l'équilibre mécanique des forces et des moments [1.5, 1.16].

1.5.4. Principe de base d'une réaction hétérogène à l'interface gaz – solide

Les traitements thermochimiques par diffusion du carbone et de l'azote en phase gazeuse font intervenir une réaction hétérogène à l'interface gaz – solide dans le réacteur. Cette réaction met en jeu un transfert de matière (de carbone et / ou d'azote) de la phase gazeuse vers la phase solide. Généralement, le mécanisme réactionnel (figures 1.11-1.12) se décompose en trois étapes principales [1.10] :

- transport des espèces réactives en phase gazeuse vers la surface de l'acier ;
- réaction physico-chimique à la surface de l'acier ;
- transport dans la phase solide par diffusion des atomes produits par la réaction chimique.

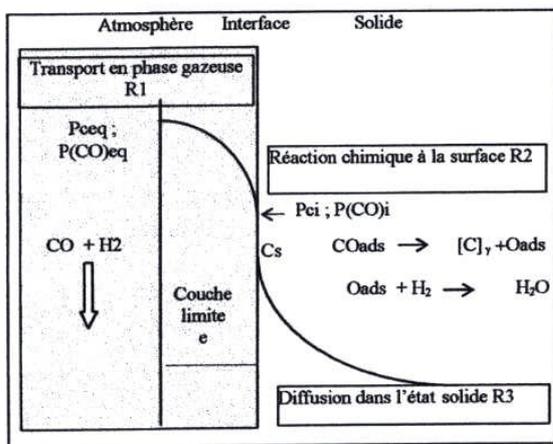


Figure 1.11. Schéma de principe du transfert de carbone à partir du mélange CO – H₂ [1.37]

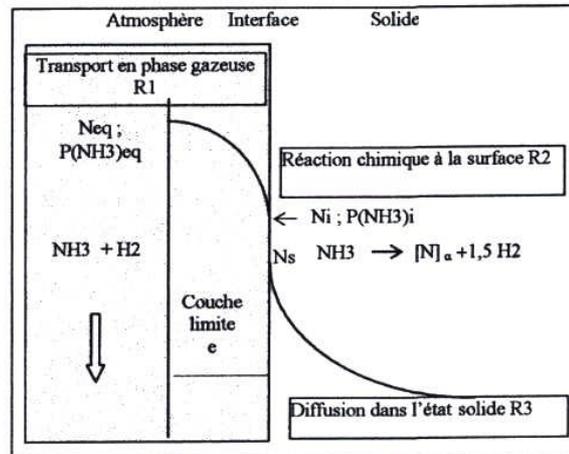


Figure 1.12. Schéma de principe du transfert d'azote à partir du mélange NH₃ – H₂ [1.37]

Les figures 1.11 et 1.12 schématisent les trois principales étapes élémentaires intervenant lors du transfert de matière à l'interface gaz - solide : transport de la molécule active vers la surface de l'acier, réaction physico-chimique à la surface de l'acier, diffusion dans la phase solide des atomes produits par la réaction chimique. Chaque étape est caractérisée par sa propre cinétique.

En considérant que le transfert de matière a lieu par une succession d'états quasi-stationnaires, il est possible de caractériser chaque processus partiel par une résistance de transfert et une force motrice. La force motrice représente une différence des pressions partielles ou une différence d'activité et la résistance de transfert R caractérise l'intensité avec laquelle le transfert peut se réaliser. Si ϕ_1 , ϕ_2 , ϕ_3 désignent respectivement le flux de matière transférée dans la phase gazeuse, le flux de matière transférée par la réaction chimique à la surface du matériau, le flux de matière transférée par diffusion dans l'état solide, nous pouvons écrire les relations suivantes:

$$\begin{aligned}\phi_1 &= \beta_1 \cdot (a_{ceq} - a_{ci}) \text{ avec } \beta_1 = 1/R_1; \\ \phi_2 &= \beta_2 \cdot (a_{ci} - a_{cs}) \text{ avec } \beta_2 = 1/R_2; \\ \phi_3 &= \beta_3 \cdot (a_{cs} - a_{co}) \text{ avec } \beta_3 = 1/R_3.\end{aligned}$$

Les paramètres utilisés dans ces équations sont définis par:

- a_{ceq} - activité en carbone à l'état stable;
- a_{ci} - activité en carbone à interface gaz – solide;
- a_{cs} - activité en carbone à la surface;
- a_{co} - activité en carbone au cœur du matériau;
- R_1 - résistance au transfert de masse due à la présence de la couche limite;
- R_2 - résistance au transfert de masse due à la réaction chimique;
- R_3 - résistance au transfert de masse due à la diffusion dans l'état solide;
- β_1 - coefficient de transfert de masse dû au transport dans la couche limite;
- β_2 - coefficient de transfert de masse dû à la réaction chimique;
- β_3 - coefficient de transfert de masse dû à la diffusion dans l'état solide.

La présence d'une couche limite devant la surface du matériau résulte d'un gradient de vitesse des molécules gazeuses, la vitesse du gaz étant nulle à la surface du matériau. Ce gradient de vitesse crée un gradient de concentration de l'espèce réactive et engendre une résistance au transfert de matière R_1 , qui est liée au transfert des espèces chimiques au travers la couche limite. **La résistance R_1** dépend principalement du comportement hydrodynamique du réacteur lui-même influencé par le couple de paramètres *débit total – brassage de la phase*

gazeuse. L'influence du brassage conditionne l'épaisseur de la couche limite et par conséquent le gradient de concentration en espèces réactives.

La résistance R2 est liée à la réaction chimique à la surface du matériau. La résistance R2 dépend principalement de la composition chimique de la phase gazeuse. La molécule gazeuse s'adsorbe à la surface du matériau et se dissocie pour libérer des atomes soit de carbone soit d'azote qui vont se dissoudre dans le matériau. Les atomes adsorbés peuvent soit se désorber et libérer des sites réactionnels, soit rester adsorbés et occuper des sites réactionnels, voire réagir avec le matériau en créant des réactions parasites (par exemple oxydation de surface) ; la présence de ces atomes adsorbés forme une résistance au transfert pour les nouvelles molécules, d'où la nécessité d'éliminer au maximum les atomes adsorbés par réaction chimique (exemple : désorption des atomes d'oxygène par la molécule d'hydrogène pour former de la vapeur d'eau dans le cas de la cémentation par la molécule de CO dans un mélange CO-H₂).

La résistance R3 est associée à la diffusion du carbone dans l'état solide et dépend principalement de la température ainsi que de la composition chimique du matériau.

Le mécanisme global de transfert d'azote au cours de la réaction de nitruration par la molécule de NH₃ est tout à fait identique à celui mis en œuvre au cours du transfert de carbone lors de la réaction de cémentation par la molécule de CO dans un mélange CO – H₂ et dépend des résistances de transfert R1 et R2.

La principale différence réside dans le fait que la molécule de NH₃ dans l'intervalle de température du traitement de nitruration (compris entre 500°C et 570°C) devrait être complètement dissociée en azote et hydrogène si elle était dans des conditions d'équilibre thermodynamique.

L'expérience montre [1.16-1.17] qu'il reste une quantité importante d'ammoniac résiduel dans le four et que cette quantité dépend directement du débit de NH₃ utilisé, donc du temps de séjour des molécules dans le four, ce qui influence la durée du traitement et le profil final de fraction massique d'azote dans le matériau. Cela provient du fait que la décomposition en phase gazeuse de la molécule NH₃ est extrêmement lente, ce qui implique que la molécule d'ammoniac se trouve dans un état de pseudo-équilibre vis-à-vis du temps de séjour des molécules dans le four.

Dans ces conditions, pour décrire ce pseudo-équilibre hétérogène gaz - solide, le formalisme classique des réactions hétérogènes peut être utilisé et permet de définir la notion de **potentiel azote Kn** (NitrierKenzahl) exprimé par le rapport $P(\text{NH}_3)/P(\text{H}_2)^{3/2}$ comparable à la notion de potentiel carbone lors de la cémentation par le mélange CO-H₂ [1.16-1.17, 1.38].

La cinétique de transfert de la matière depuis la phase gazeuse vers la phase solide sera conditionnée par l'importance relative des résistances R_1 , R_2 et R_3 . L'étape de transfert qui présente la résistance maximale sera qualifiée d'étape limitante. Suivant les valeurs relatives des résistances R_1 , R_2 et R_3 , trois cas sont à envisager :

a) *Le transport en phase gazeuse est l'étape limitante : $R_1 \gg R_2, R_3$*

Si la résistance R_1 est très supérieure à R_2 et R_3 , l'étape limitante est le transport des molécules réactives à travers la couche limite d'épaisseur e : la cinétique globale du transfert de matière est gouvernée par la vitesse de transport des molécules vers la surface du matériau au travers la couche limite.

Pour améliorer la cinétique de la réaction gaz – solide, il est nécessaire de diminuer la résistance R_1 . Pour cela, il faut assurer un renouvellement important des espèces réactives à la surface du matériau en évitant la formation de cette couche limite plus pauvre en espèces réactives par suite d'une vitesse de transport insuffisante dans la phase gazeuse ou d'une élimination trop lente des espèces gazeuses sous-produit de la réaction d'interface. Ce renouvellement de l'interface dépend directement du comportement hydrodynamique du réacteur : une approche basée sur la mécanique des fluides montre que l'augmentation de la vitesse de circulation du gaz à la surface du matériau conduit à une diminution de l'épaisseur de la couche limite et entraîne une augmentation du coefficient de transfert de masse.

b) *La vitesse de la réaction chimique est l'étape limitante $R_2 \gg R_1, R_3$*

Si la résistance R_1 est très inférieure à R_2 , le transport dans la phase gazeuse n'est pas l'étape limitante du processus. La cinétique globale de la réaction gaz – solide est gouvernée par la cinétique des mécanismes physicochimiques élémentaires à la surface du matériau.

Pour diminuer la résistance R_2 , il faudra favoriser la désorption des espèces qui en sont à l'origine en adaptant la composition du mélange gazeux (l'hydrogène facilite l'élimination des atomes d'oxygène adsorbés résultant de la décomposition de l'oxyde de carbone) ou plus radicalement en utilisant des molécules exemptes d'oxygène (par exemple un hydrocarbure tel que le méthane).

c) *La vitesse de diffusion dans l'état solide est l'étape limitante $R_3 \gg R_2, R_1$*

Si la résistance R_3 est très supérieure aux résistances R_1 , R_2 , le transport de matière dans l'état solide est l'étape limitante. La cinétique globale de la réaction gaz – solide est gouvernée par la diffusion de la matière dans l'état solide.

Par conséquent, le transfert de matière sera maximum si les résistances R1 et R2 sont les plus faibles possibles comparativement à la résistance R3. Le réacteur expérimental utilisé dans le cadre de cette étude permet de minimiser la résistance R1 grâce à son comportement de réacteur parfaitement agité (composition chimique homogène de la phase gazeuse et taux de renouvellement homogène sur toute la surface traitée). Le dispositif expérimental du traitement est présenté dans le paragraphe 1.6.1.

La résistance R2 dépend du gaz employé comme source d'azote ou de carbone. Dans le cas du traitement de nitruration nous utilisons l'ammoniac. Dans le cas du traitement de cémentation, certains aciers peuvent être facilement cémentés dans un mélange conventionnel CO - H₂. D'autres, comme nous le montrerons dans le chapitre 3, présentent une contrainte majeure qui nous oblige à employer un mélange à la base de méthane.

Enfin, la résistance R3 dépend de la composition chimique du matériau et de la température de traitement thermochimique. Afin de réduire cette résistance, nous allons rechercher un compromis entre la structure de la couche traitée et la température de traitement.

1.6. Méthodes expérimentales

Pour aborder le sujet de la thèse et répondre aux objectifs de cette étude, il est nécessaire de réaliser des traitements thermochimiques par diffusion du carbone et de l'azote, maîtriser le gradient d'azote et / ou de carbone dans la couche superficielle du matériau et de suivre l'efficacité des traitements. Pour cela, l'Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie de Matériaux dispose d'un four pilote, le Laboratoire de Science et Génie des Surface de l'école des Mines de Nancy dispose de deux thermobalances instrumentées, ainsi que des principaux outils de caractérisation physico-chimique des matériaux.

1.6.1. Réacteur thermochimique : thermobalance LSGS, four pilote EEIGM

Thermobalance LSGS:

La cinétique de transfert de la matière depuis la phase gazeuse vers la phase solide peut être étudiée à l'aide d'une thermobalance instrumentée. L'enregistrement de la prise de masse d'un échantillon avec le temps du traitement permet de calculer le flux de la matière (carbone ou azote) transférée depuis la phase gazeuse vers la phase solide : les paramètres, qui influencent la cinétique de transfert de la matière sont la température et la composition du mélange gazeux.

Pour accéder à ces données, un dispositif expérimental est mis en place au Laboratoire des Sciences et de Génie des Surfaces (figure 1.13).

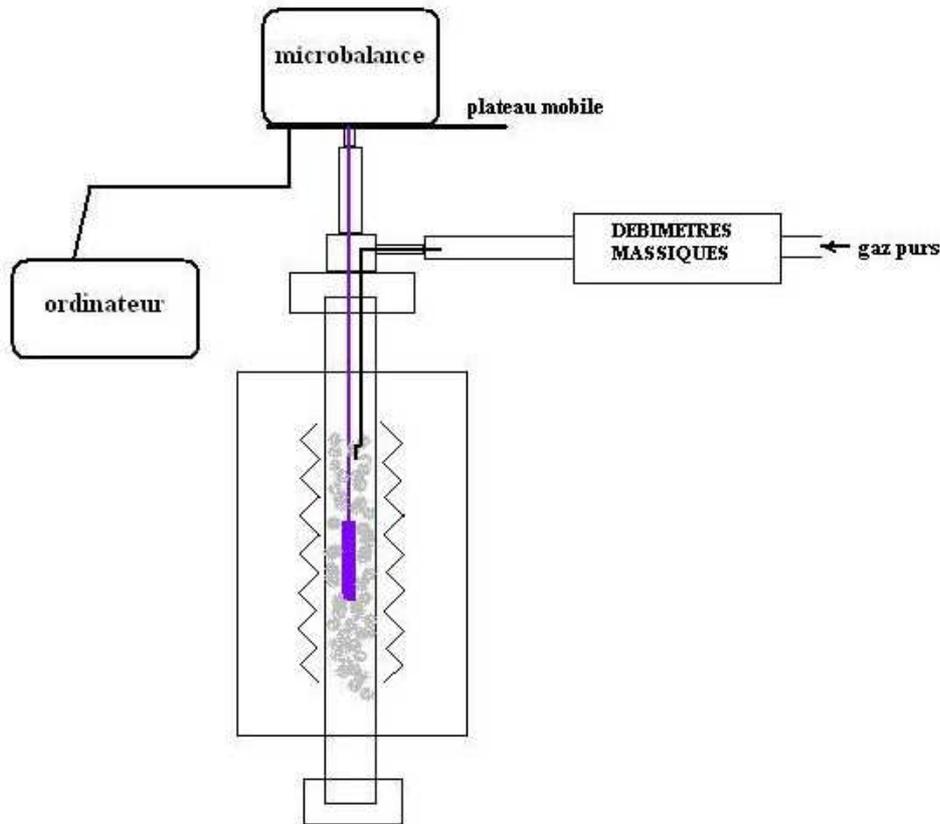


Figure 1.13. Schéma du dispositif expérimental

Ce dispositif comporte :

- un réacteur composé d'un tube en alumine d'un diamètre de 50mm chauffé par une résistance électrique. Ce réacteur présente une zone isotherme de 100mm dans laquelle l'écart de température est égal à $\pm 1^\circ\text{C}$;

- une microbalance électronique capable de supporter une charge de l'ordre de 50g et positionnée sur un plateau mobile surplombant le réacteur ;

- des régulateurs de débits massiques permettant d'ajuster, à partir des gaz purs (ammoniac, méthane, azote, oxygène), la composition du mélange gazeux introduit dans le réacteur ;

- un dispositif de trempe permettant de tremper les échantillons à l'eau et à l'huile;

- un ensemble informatique, qui permet l'acquisition des mesures suivantes : la température, la masse de l'échantillon et le débit des courants gazeux. Il permet de connaître, en temps réel, le flux de matière transférée dans le solide.

Four pilote EEIGM :

Pour effectuer les traitements thermochimiques de nitruration, de carbonituration et de cémentation, l'Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie de Matériaux dispose d'un four pilote permettant une charge de 300x300x600mm pour atteindre 50kg. Une partie des traitements thermochimiques de carbonituration et de cémentation sur des pièces massives pour notre étude est effectuée dans ce four.

Le four est relié à l'ensemble informatique, permettant l'acquisition des mesures suivantes : la température et le débit des courants gazeux.

L'atmosphère est obtenue par la décomposition de méthanol additionnée soit de propane soit d'air pour régler le potentiel de carbone dans le cas de la cémentation, et additionnée d'ammoniac pour la carbonituration.

1.6.2. Techniques de caractérisation

1.6.2.1. Microscopie optique

Après les traitements thermochimiques, les échantillons sont coupés sous l'eau en utilisant les tronçonneuses de type Struers Accutom-5 et Struers Discotom-2 perpendiculairement à la surface. Ils sont ensuite soit enrobés dans une résine polymère (appareil de type Buehler Simplimet®1000) soit fixés dans un support métallique.

Ils subissent un polissage mécanique se terminant à la pâte diamant 1 μ m. Les échantillons sont ensuite attaqués en vue d'observer leur structure et leurs couches superficielles au microscope métallographique. Le réactif d'attaque est le nital classique (3% d'acide nitrique, 97% d'alcool éthylique) qui permet de révéler la structure et la profondeur de traitement thermochimique.

1.6.2.2. Détermination de microdureté

Pour caractériser les profondeurs efficaces, les filiations de microdureté sont réalisées en utilisant le microduromètre de type Vickers MXT50 sous une charge de 200g sur des coupes transversales d'échantillons non attaqués préparés de la même façon que pour l'examen métallographique.

La distance entre deux empreintes est d'au moins 50 micromètres pour éviter les effets dus aux déformations locales.

Détermination de microdureté à chaud

Pour connaître le comportement des matériaux étudiés après les traitements thermochimiques à la température d'emploi, c'est-à-dire à 300°C, et le comparer à celui obtenu à la température ambiante, les filiations de microdureté à 300°C sous une charge de 200g sur les soupes transversales d'échantillons sont réalisées en collaboration avec l'Office National d'Etudes et Recherches Aéronautiques (ONERA) en utilisant l'appareil de microindentation conçu pour fonctionner jusqu'à 1000°C (l'appareil et le principe sont présentés en annexe 1).

1.6.2.3. Mesure de fraction massique d'azote et de carbone par microsonde électronique de Castaing

La microsonde électronique de Castaing est utilisée pour doser l'azote et / ou le carbone présents dans les échantillons.

La microsonde de Castaing est une technique d'analyse chimique élémentaire, qualitative ou quantitative, permettant le dosage des éléments présents dans l'échantillon contenu dans un volume de l'ordre du micromètre cube (du Bore à l'Uranium) par spectrométrie d'émission X sous l'effet d'un bombardement électronique (la sonde).

Principe :

Lorsqu'une cible est bombardée par un faisceau d'électrons (la « sonde électronique »), le domaine d'interaction du faisceau avec la matière constitue une « *poire d'interaction ou d'excitation* » (figure 1.14) dont les dimensions principales dépendent de la densité moyenne du matériau et de l'énergie des électrons incidents (donc de la tension accélératrice utilisée).

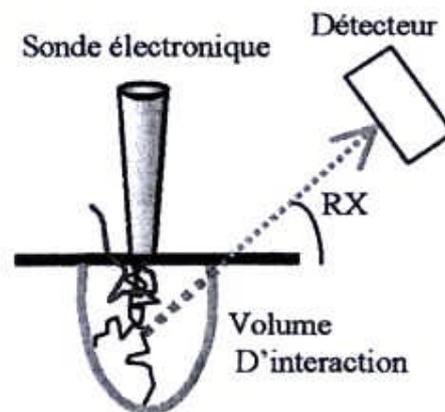


Figure 1.14. Volume d'interaction lors du bombardement d'une cible par un faisceau d'électrons

Ce volume d'interaction est la source d'émissions électroniques et électromagnétiques dont les rayons X sont caractéristiques des éléments excités.

La séparation des différentes longueurs d'onde du spectre X polychromatique émergent de l'échantillon est obtenue par diffraction des rayons X sur des cristaux monochromateurs selon la loi de Bragg (figure 1.15) (*analyse WDS – Wavelength Dispersive Spectrometer*). L'analyse par dispersion de longueur d'onde WDS a l'avantage d'avoir une bonne résolution en comparaison à l'analyse en dispersion d'énergie (EDX) et est donc privilégiée pour l'analyse des éléments légers, comme carbone et l'azote (rayonnements de faibles énergies).

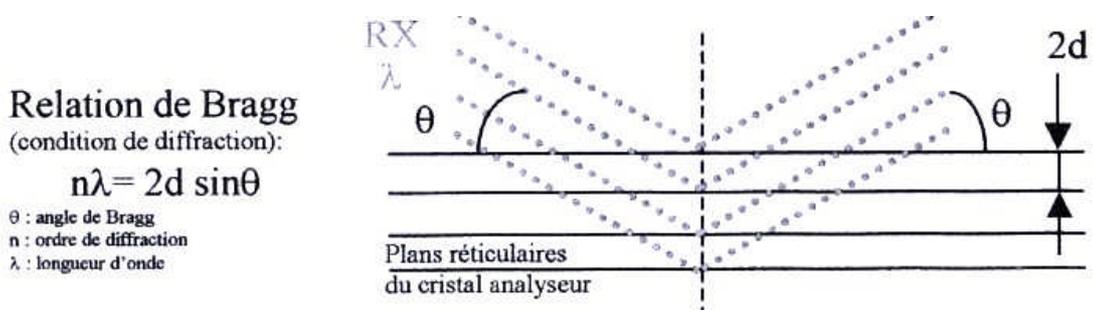


Figure 1.15. Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg

Les différentes intensités sont reçues par le détecteur à flux gazeux et la chaîne de comptage associée.

L'analyse des positions angulaires de diffraction (pics ou raies caractéristiques) par rapport à des tables de référence permet d'identifier les éléments présents, l'*analyse* est dite *qualitative*.

Pour une raie d'un élément donné, le rapport des intensités enregistrées dans les mêmes conditions sur l'échantillon et sur une référence (dans ce travail Fe₄N est utilisé comme référence pour l'azote et le diamant est utilisé pour le carbone) permet d'accéder à la fraction massique de l'élément dans l'échantillon, l'*analyse* est dite *quantitative*.

Application :

- La diffusion d'éléments A dans le réseau cristallin d'atomes B peut être facilement mis en évidence par le tracé de l'intensité (ou la concentration) des éléments A et B en fonction de la distance analysée. Exemple : nitruration, cémentation, carbonitruration.

L'analyse des *éléments légers* comme carbone et l'azote, est délicate pour de nombreuses raisons physiques :

- les longueurs d'onde sont très grandes (pour le carbone K_{α} est de 4,4nm), ce qui oblige à utiliser des monochromateurs ;

- les potentiels d'excitation de raies sont faibles (C : 0,28kV), d'où des conditions inhabituelles de tension d'excitation (C : 10kV) ;

- les raies sont très étalées sur l'axe des longueurs d'onde d'où des difficultés de calage sur le pic ;

- les coefficients d'absorption sont très élevés (10 à 100 fois ceux des autres éléments) ;

- les raies sont entourées de très nombreuses raies d'ordres multiples : Fe, Mn, Ni, Cr..., ce qui pose des problèmes pour la détermination du bruit de fond ;

- les pollutions de surface par les vapeurs d'huile de la pompe à diffusion (dépôt de carbone);

- utilisation d'étalons.

La microsonde électronique de Castaing par l'analyse par dispersion de longueur d'onde (WDS) présente les avantages suivants, qui permettent l'analyse des éléments légers, présents dans le matériau :

- L'utilisation de monochromateurs permet d'une part d'obtenir des taux de comptage nettement plus importants (5000 à 200000coups/sec contre 1000 à 10000coups/sec pour l'EDX) et de supprimer dans le spectre les raies d'ordres multiples, ce qui facilite la mesure de façon importante et permet d'obtenir une meilleure précision ;

- très bonne résolution des spectromètres WDS (10 à 15eV sur Mn K_{α}) par rapport aux spectromètres EDX (135 à 150eV pour Mn K_{α}) ;

- la limite de détection est de 0,05 à 0,005% (en fraction massique d'élément) pour WDS contre 0,1 à 0,2% pour EDX;

- utilisation d'un piège cryogénique près de l'échantillon permettant de limiter la contamination de la surface et la rendre pratiquement négligeable [1.39].

Pour notre étude l'analyse quantitative de la fraction massique d'azote et de carbone par microsonde électronique est réalisée sur des échantillons polis, plans, propres et conducteurs par référence à des témoins réels (γ -Fe₄N et diamant).

1.6.2.4. Analyse par spectrométrie de masse d'ions secondaires (SIMS)

Pour analyser la surface des échantillons après les traitements thermochimiques nous avons utilisé l'analyse SIMS.

L'analyse ionique par émission secondaire (SIMS) est l'une des méthodes d'analyse des matériaux fondées sur le bombardement par des ions. Elle se base sur une irradiation par des ions lourds (éventuellement par des particules neutres monoatomiques) de moyenne et basse énergie (1 à 50 keV). L'interaction du faisceau incident avec le matériau se traduit par une cascade de collisions, conduisant à la fois à l'implantation des particules primaires et à la pulvérisation de la cible sous forme de particules, chargées (ions secondaires) ou non. Ce sont ces particules chargées (ionisées au cours du processus de pulvérisation, ou parfois obtenues par post-ionisation des particules neutres pulvérisées) qui sont filtrées en masse (éventuellement en énergie) pour accéder à la composition de l'échantillon - cible.

Les performances générales propres de l'analyse ionique par émission secondaire des matériaux solides peuvent se résumer comme suit :

- une très grande sensibilité (de très faibles limites de détection) pour la quasi-totalité des éléments de la classification périodique (analyse de traces) ;
- la détermination, en régime dynamique, de profils de concentration à partir de la surface sur des profondeurs très réduites (analyse de couches minces ou de profils de diffusion) ;
- la possibilité, en régime statique, d'accéder à la composition, éventuellement moléculaire, des premières couches atomiques ou moléculaires [1.40].

La complexité des spectres de masse obtenus et les difficultés de quantification font que cette méthode n'est pas adaptée à l'identification et à l'analyse quantitative des éléments d'alliage en forte concentration dans les matériaux massifs, pour lesquelles on aura plus recours à des méthodes moins coûteuses et plus rapides comme la microsonde électronique [1.40].

1.6.2.5. Diffraction des rayons X

La diffraction par les rayons X permet d'identifier les phases présentes dans les couches superficielles des échantillons jusqu'à une profondeur de 25µm.

Le diffractomètre D500, $\theta/2\theta$ utilisé est équipé d'un monochromateur en Quartz. Un détecteur linéaire est utilisé pour obtenir les diagrammes de diffraction. Le rayonnement X issu d'une cible en cobalt a une longueur d'onde $\lambda = 0,178897$ nm.

Dans le système $\theta/2\theta$, le goniomètre permet une variété d'angles d'incidence. Le détecteur, qui a pour un angle d'incidence une valeur θ , se déplace de 2θ , mesure l'intensité du rayon diffracté. Le résultat est une courbe de l'intensité des rayons X diffractés en fonction des angles de diffraction. La position des pics de diffraction et leur intensité permet l'identification des structures ou phases cristallines présentes et donc de la composition cristallographique du matériau analysé. L'indexation de pics de diffraction se fait grâce à la base de données constituée des fiches ASTM (American Society for Testing and Materials). Le tableau 1.2 présente un récapitulatif de l'utilisation de la diffraction par les rayons X dans le domaine de métallurgie.

Tableau 1. 2. Utilisation de la diffraction par les rayons X dans le domaine de métallurgie

Positions des pics de diffraction	Nature des phases Composition d'une solution solide Diagrammes d'équilibre
Variation de la position du pic	Contraintes résiduelles présentes dans le matériau
Intensité des pics de diffraction	Analyse qualitative et quantitative de phases
Variation d'intensité d'un pic de diffraction	Textures cristallographiques Mesures d'épaisseur
Forme d'un pic de diffraction	Taille de cristallite Microdéformations (taux d'écroutissage)

1.6.2.6. Détermination de la proportion d'austénite résiduelle

Le dosage d'austénite résiduelle dans les zones superficielles des échantillons après les traitements thermochimiques et après les revenus est effectué en utilisant la méthode de dosage des phases par la diffraction des rayons X (la méthode est expliquée en annexe 2).

1.6.2.7. Détermination des contraintes résiduelles

Les distributions des contraintes résiduelles dans le gradient de fraction massique de carbone sont réalisées en collaboration avec le centre technique des industries mécaniques (CETIM) de Senlis dans leur laboratoire d'analyses par rayons X du pôle d'activité « Fatigue des composants mécaniques » par la diffraction des rayons X, en utilisant la méthode des $\sin^2\psi$ (la méthode est présentée en annexe 3).

Les contraintes résiduelles sont déterminées en appliquant la méthode des $\sin^2\psi$ en supposant une isotropie du champ des contraintes dans un plan parallèle à la surface (toute direction dans ce plan est direction principale du tenseur contrainte) et de la microstructure dans les échantillons. Les dimensions des échantillons sont de 31mm*20mm*11mm.

Les mesures sont effectuées en utilisant le rayonnement du chrome diffracté à $2\theta = 156^\circ$ par les plans atomiques (211) de la phase martensitique présente dans l'acier.

Les analyses sont effectuées au centre des échantillons, dans une seule direction Φ . Nous avons procédé dans cette direction Φ à 13 inclinaisons d'incidence Ψ ($6 \Psi < 0$; $\Psi = 0$; $6 \Psi > 0$), définissant 6 intervalles égaux sur l'axe des $\sin^2\psi$.

Pour le calcul des contraintes les constantes radiocristallographiques d'élasticité suivantes sont prises :

$$\frac{1}{2}S_2 = 5,83 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$$

$$S_1 = -1,28 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$$

Les enlèvements de matière sont réalisés par dissolution nitrique locale et le contrôle métrologique de chaque enlèvement est effectué à l'aide d'un profilomètre de marque MITUTOYO.

1.6.2.8. Calcul de la distorsion c/a de la maille martensitique

Les calculs des distorsions de la maille martensitique au cours des traitements thermochimiques et au cours des revenus sont effectués par diffraction des rayons X.

Lorsqu'un matériau cristallin est irradié par un rayonnement X monochromatique de longueur d'onde λ de l'ordre de grandeur de l'espacement entre les atomes, on observe les pics de diffraction au voisinage de quelques valeurs de l'angle 2θ . Leur position 2θ dépend de

λ et de la distance interréticulaire d entre les plans cristallins du matériau par l'intermédiaire de la loi de Bragg [1.41-1.42] :

$$2 * d * \sin \theta = \lambda \Rightarrow d = \frac{\lambda}{2 * \sin \theta} \quad (1.3)$$

où d est la distance entre deux plans réticulaires successifs ;

λ est une longueur d'onde du faisceau incident;

θ est l'angle de réflexion sélective ou l'angle de Bragg (2θ est appelé l'angle de diffraction).

D'autre part, pour un réseau quadratique, il existe la relation suivante :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (1.4)$$

où hkl sont les indices du plan réticulaire ;

a et c sont les paramètres de la maille.

L'ensemble des formules 1.3 et 1.4 donne l'équation suivante :

$$\left(\frac{2 * \sin \theta}{\lambda} \right)^2 = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (1.5)$$

Alors, pour calculer les paramètres a , c et la distorsion c/a de la maille quadratique de martensite, il faut obtenir le cliché de diffraction des rayons X avec les pics de martensite, déterminer les angles de diffraction et les indices hkl pour les pics de martensite choisis et appliquer l'équation 1.5. Le rayonnement X est issu d'une anticathode en cobalt, donc la valeur de la longueur d'onde λ est égale à 0,178897nm.

1.6.2.9. Microscopie électronique par transmission

Pour étudier les mécanismes de durcissement au cours des traitements thermochimiques et au cours des traitements de revenu, les observations sont faites sur les lames minces aux microscopes électroniques Philips CM12 et CM200 sous une tension d'accélération des électrons respectivement de 120kV et 200kV.

Le microscope électronique à transmission permet une visualisation directe de l'échantillon à des grossissements compris entre 10^3 et 10^6 .

Le microscope électronique à transmission fonctionne suivant deux modes :

- image, permettant l'observation de l'état microstructural du matériau ;
- diffraction, permettant de déterminer la nature des phases présentes dans le matériau étudié.

Mode image :

La nature de faisceau conduit à deux types d'image. Si le faisceau est directement transmis, l'image est formée en champ clair. Seuls les rayons non diffractés par l'échantillon participent à la formation de l'image, les zones cristallisées apparaissent donc en sombre. Si l'un des faisceaux est diffracté, l'image est formée en champ sombre. L'image est formée par les rayons diffractés dans une direction donnée, les zones claires donc représentatives d'une famille de plans cristallins. Le contraste d'image est déterminé par le contraste d'absorption de diffusion, le contraste de diffraction et le contraste de phase.

Mode diffraction :

Une famille de plans donnée (mêmes indices de Miller) dans un échantillon observé va diffuser les électrons dans une direction particulière.

Lorsque le faisceau incident, quasi-parallèle, arrive sur un objet cristallin, les électrons diffusés élastiquement sont regroupés en faisceaux diffractés dont les orientations angulaires par rapport à la direction du faisceau incident sont données par la loi de Bragg :

$$2 * d_{hkl} * \sin \theta_{hkl} = n * \lambda$$

où h, k et l sont les indices des plans diffractants ;

d_{hkl} est la distance entre ces plans;

λ est une longueur d'onde du faisceau incident;

θ est l'angle de réflexion sélective ou l'angle de Bragg (2θ est appelé l'angle de diffraction) ;

n est l'ordre de diffraction.

L'allure d'un diagramme de diffraction est caractéristique de la nature de l'objet diffractant :

- Si l'objet est monocristallin, le cliché de diffraction est un ensemble de taches représentant le réseau réciproque de la face observée ; la structure cristalline et l'orientation peuvent théoriquement être déterminées à partir de deux diagrammes de diffraction obtenus pour deux inclinaisons de l'objet.

- Si l'objet est polycristallin, les plans en position de Bragg sont orientés dans toutes les directions, les taches forment alors un continuum, et l'on obtient un ensemble d'anneaux concentriques de diamètre $2D$. On en déduit alors les distances interréticulaires, que l'on compare à celles des fichiers obtenus par diffraction de rayons X afin d'identifier la structure cristalline [1.43-1.44].

Autres informations accessibles au MET :

Les électrons qui bombardent l'échantillon observé entraînent la production par ce dernier de rayons X dont l'énergie est déterminée par la composition élémentaire. Si un détecteur approprié est placé à proximité de l'échantillon, on peut alors détecter d'infimes quantités d'éléments. Il s'agit d'un *détecteur de rayons X à dispersion d'énergie (EDX)*. Cet instrument permet d'acquérir des spectres présentant des pics distincts et caractéristiques des éléments présents. La hauteur d'un pic indique la concentration de l'élément.

Certains électrons perdent de leur énergie lorsqu'ils se déplacent au sein de l'échantillon. Cette réduction peut être mesurée à l'aide du *spectromètre de perte d'énergie des électrons (EELS)*. Il s'agit d'un détecteur qui est monté sous la chambre de projection du MET [1.43].

Préparation des échantillons :

Les lames sont prélevées à $150\mu\text{m}$ de profondeur sous la surface et à cœur des échantillons. Elles sont amincies par un polissage mécanique sous l'eau. La grande dureté et les distorsions dues aux contraintes introduites par la trempe rendent l'amincissement mécanique très délicat. Cependant avec des précautions adéquates, nous pouvons atteindre des épaisseurs de 35 à 15 micromètres. L'amincissement mécanique est suivi de l'amincissement électrolytique, de disques de 3mm de diamètre, de telle sorte qu'au centre du disque le matériau soit entièrement éliminé. Autour du trou ainsi créé, il y a des zones suffisamment minces (environ $0,1\mu\text{m}$) pour laisser passer les électrons. La tension appliquée est de 50V. L'électrolyte est composé de 95% d'éthermonobutylique de l'éthylène glycol et de 5% d'acide perchlorique.

► **En résumé**, les estimations effectuées à partir de la théorie de Hertz et l'application du critère de Tresca complétées par des résultats d'essais de fatigue à la température ambiante publiés dans la littérature montrent que pour résister en roulement – glissement, à 300°C, à des pressions de contact de 2,5GPa il faut disposer des couches durcies superficiellement à des valeurs de l'ordre de 690-750HV présentant des contraintes de compression et des profondeurs efficaces supérieures à 0,6mm.

Dans ce contexte, trois approches peuvent être envisagées pour répondre aux objectifs de ce travail :

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la précipitation de nitrures nanométriques au cours du traitement de nitruration profonde des aciers alliés au chrome du type 32CrMoV13. L'étude des conditions de stabilité et de l'évolution en fonction de la température (jusqu'à 300°C) des microstructures des aciers alliés au chrome du type 32CrMoV13 au cours du traitement de nitruration est présentée dans le deuxième chapitre de ce mémoire;

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la transformation de phase de type martensitique, obtenue au cours d'un traitement de carbonituration avec un enrichissement en azote plus important que par une carbonituration conventionnelle, pour permettre la précipitation éventuelle de nitrures nanométriques au cours du revenu à 300°C des aciers faiblement alliés. Le traitement proposé par Y.Watanabe et al. [1.33] peut être utilisé comme référence. L'étude du durcissement des aciers faiblement alliés de type 27MnCr5 et 27CrMo4 dans ces conditions est présentée dans le deuxième chapitre de ce mémoire;

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement thermochimique de cémentation à la condition de les réaliser sur un acier contenant un élément d'alliage permettant de stabiliser la phase martensitique et d'éviter sa décomposition totale avant 300°C. L'étude bibliographique montre [1.34-1.35], que l'élément pouvant stabiliser la phase martensitique, est le silicium. L'étude de la stabilité du durcissement et de la mise en contraintes de compression par la trempe martensitique au cours d'un traitement thermochimique de cémentation réalisé sur une nuance d'acier contenant du silicium est proposé dans le troisième chapitre.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 1

- [1.1] - J. Lu, Fatigue des alliages ferreux, Techniques de l'ingénieur, article BM5042, vol. BD1, octobre 2002
- [1.2] – L. Flamand, Fatigue des surfaces, Techniques de l'ingénieur, article B5055, vol. BD1, février 1993
- [1.3] – J. Monnot, R. Tricot, A. Gueussier, Résistance à la fatigue et endurance des aciers pour roulement, Revue de métallurgie, juillet - août 1970, pp.619-638
- [1.4] – D. François, A. Pineau, A. Zaoui, Comportement mécanique des matériaux, Hermès, Paris, 1993, pp. 400-450
- [1.5] - J. Barralis, L. Castex, G. Maeder, Précontraintes et traitements superficiels, Techniques de l'ingénieur, article M1180, vol. MD, décembre 1999
- [1.6] – D. Chicot, Modélisation des contraintes résiduelles pour divers traitements de durcissement superficiel. Etude des modifications intervenant au cours d'essais de fatigue, thèse de l'Université des Sciences et Techniques, Lille Flandres Artois, 1991
- [1.7] – J-P. Brusson, Contraintes résiduelles dans les pièces cémentées soumises à la fatigue, Traitement thermique, mai 1974, pp.52-66
- [1.8] – M. Damagnez, C. Pichard, C. Tomme, Les aciers pour trempe superficielle par induction, Traitement thermique, vol. 322, 2000, pp. 32-38
- [1.9] – Y. Desalos, Propriétés obtenues après trempe superficielle, Traitement thermique, vol. 322, 2000, pp. 39-49
- [1.10] – J. Dulcy, Traitement thermo-chimique de surface. Cémentation en phase gazeuse, Ecole des Mines de Nancy, 1^{er} semestre 2002-2003
- [1.11] – D. Ghiglione, spécifications techniques pour la cémentation de pièces en acier, Traitement thermique, n°337, 2002
- [1.12] - D. Ghiglione, spécifications techniques pour la carbonituration de pièces en acier, Traitement thermique, n° 338, 2002
- [1.13] – D. Ghiglione, C. Leroux, C. Tournier, Cémentation. Carbonituration, Techniques de l'ingénieur, article M1226, vol. MD, juillet 1994
- [1.14] – Le traitement thermique des aciers sous atmosphère, association technique de traitement thermique, PYC – EDITION, 1980
- [1.15] – D. Couratin, Caractérisation de différents traitements thermo-chimiques. Effets sur la fatigue de surface de pièces automobiles, Galvano-organo-traitements de surface, vol.64, 1995, pp.665-670
- [1.16] – J. Dulcy, M. Gantois, Progrès dans la connaissance des mécanismes de transfert appliqués aux traitements thermo-chimique. Critères de choix d'un traitement thermo-chimique, Partie 1, Traitement thermique, vol. 360, janvier – février 2005, pp. 25-31

[1.17] – J. Dulcy, M. Gantois, Progrès dans la connaissance des mécanismes de transfert appliqués aux traitements thermo-chimique. Critères de choix d'un traitement thermo-chimique, Partie 2, Traitement thermique, vol. 366, janvier 2006, pp. 31-45

[1.18] – D. Ghiglione, C. Leroux, C. Tournier, Nitruration, nitrocarburation et dérivés, Techniques de l'ingénieur, article M1227, vol. MD1, janvier 1996

[1.19] – Y. Desalos, Caractérisation vis-à-vis de la tenue en fatigue des traitements thermo-chimiques utilisés dans l'automobile, Traitement thermique, vol. 315, 1999, pp. 29-36

[1.20] – R. Leveque, Définition d'un traitement thermo-chimique en vue de l'amélioration de la tenue en fatigue, Traitement thermique, vol. 221, 1988, pp. 27-35

[1.21] – J-N. Locquet, Caractérisations métallurgiques et mécaniques de couches nitrurées. Relation microstructure – comportement, thèse de l'ENSAM, Aix-en-Provence, 1998

[1.22] – M. Sennour, C. Jacq, C. Esnouf, Mechanical and microstructural investigations of nitrided Fe-Cr layers, Journal of materials science, vol. 39, 2004, pp. 4533-4541

[1.23] – M. E. Djeghlal, N. Hamedi, L. Barrallier, Caractérisations métallurgiques et mécaniques de couches nitrurées. Relation microstructure – comportement, Journal de Physique IV, vol. 11, 2001, pp. 141-145

[1.24] – V. A. Philips, A. U. Seybolt, A transmission electron microscopic study of some ion-nitrided binary iron alloys and steels, Transactions of the metallurgical society of AIME, vol. 242, december 1968, pp. 2415-2422

[1.25] – B. Mortimer, P. Grieveson, K. H. Jack, Precipitation of nitrides in ferritic iron alloys containing chromium, Scandinavian journal of metallurgy, vol. 1, 1972, pp. 203-209

[1.26] – E. J. Mittemeijer, Nitriding response of chromium-alloyed steels, Journal of metals, September 1985, pp. 16-20

[1.27] – C. Ginter, Influence des éléments d'alliage sur les mécanismes de nano-précipitation et sur les mécanismes de durcissement d'alliages modèles (Fe-Cr et Fe-Cr-C) et d'aciers industriels nitrurés, thèse de l'INPL, Nancy, 2006

[1.28] – J. Barralis, L. Castex, J.L. Chaize, Influence des conditions de traitement sur la distribution des phases et des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées, Mémoires et études scientifiques revue de métallurgie, vol. 12, 1986, pp.629-642

[1.29] – L. Castex, J. Barralis, J. C. Chaize, Etude de la tenue en fatigue de l'acier 32CDV13 nitruré, Mémoires et études scientifiques revue de métallurgie, vol. 1, 1987, pp.13-23

[1.30] – P. Poessel, Durée de vie en fatigue de contact d'engrenages traités thermo-chimiquement : essais et modélisations, thèse de l'ENSAM, Paris, 2000

[1.31] – D. Couratin, A. Guimier, Grenailage de précontrainte des pignons en acier cémenté, Galvano-organo-traitements de surface, vol.59, 1990, pp.439-444

[1.32] – A. Guimier, Y. Pourprix, J. F. Flavenot, Influence des paramètres de réalisation d'une couche cémentée sur la tenue en fatigue d'un acier de pignonnerie, *Traitement thermique*, vol. 218, 1988, pp. 49-55

[1.33] - Y. Watanabe, N. Narita, S. Umegaki, Rolling contact fatigue strength of carbo-nitrided and shot-peened chromium alloy steel, *Proceedings of the 18th Conference*, Rosemont, 12-15 octobre 1998

[1.34] - G. Murry, Transformations dans les aciers, *Technique de l'ingénieur*, article M1115, vol. MD1, septembre 1998

[1.35] - A. S. Kenneford, T. Williams, Effect of some common alloying elements on the breakdown of martensite in a 0,35% carbon steel, *Journal of the iron and steel institute*, vol. 185, 1957, pp.467-474

[1.36] – M-S. Yahia, Contribution à l'étude de l'influence de l'azote dans les traitements thermo-chimiques de surface des aciers en phase austénitique, thèse de l'INPL, Nancy, 1995

[1.37] – J. Dulcy, M. Gantois, Traitements de surfaces en phase gazeuse, chapitre « Carburation et carbonitruration des aciers », *HERMES : Mécanique et ingénierie des matériaux*, 2002

[1.38] – J. Dulcy, L. Torchane, M. Gantois, Mécanismes de formation et cinétique de croissance des couches nitrurées, *Traitement thermique*, vol. 341, 2002

[1.39] – M. Moncel, Méthodes physiques d'analyse en métallurgie, *Techniques de l'ingénieur*, article M260, vol. MB5, janvier 1991

[1.40] – E. Darque-Ceretti, H-N. Migeon, M. Aucouturier, Emission ionique secondaire SIMS – principes et appareillages, *Techniques de l'ingénieur*, article P2618, vol. P3, décembre 1998

[1.41] – P. Parnière, Métallographie par les méthodes de diffraction, *Techniques de l'ingénieur*, article M100, vol. MB2, avril 1983

[1.42] – J-J. Rousseau, Cristallographie géométrique et radiocristallographie, *Cours et exercices corrigés*, Dunod, Paris, 2000

[1.43] – Tout ce que vous auriez voulu savoir sur la microscopie électronique, mais que vous n'avez pas demandé, *manuel de Philips*, Pays-bas, 2000

[1.44] – A. Redjaïmia, Diffraction des électrons en mode sélection d'aire, *TP Inorganique*, 3^{ème} année, EEIGM, 1999/2000

CHAPITRE 2

2. Etude des conditions de stabilité et d'évolution des microstructures des différents modes de durcissement

2.1. Introduction

Le premier chapitre de ce mémoire a illustré le phénomène de la fatigue mécanique, les paramètres influençant le comportement des pièces en mouvement relatif en fatigue de contact, les mécanismes de durcissement et de la mise en contraintes de compression des aciers au cours des traitements thermochimiques, les solutions existantes en terme d'aciers soumis à des sollicitations mécaniques et thermiques, ainsi que les possibilités des traitements en vue d'une amélioration de la tenue en fatigue jusqu'à 300°C. La compréhension des mécanismes d'endommagement des pièces par la fatigue de contact dans les conditions des sollicitations sévères auxquelles s'ajoute le paramètre de la température, nous permet d'adopter une démarche afin de répondre aux objectifs visés.

Nous recherchons à obtenir le durcissement et la mise en contraintes de compression stables jusqu'à la température de 300°C. Le durcissement et la mise en contraintes de compression stables jusqu'à 300°C imposent que la microstructure du matériau soit elle-même stable jusqu'à cette température. A cet effet dans ce chapitre nous nous sommes intéressés au durcissement des aciers par la précipitation des nitrures :

- *en phase ferritique* (au cours de traitement thermochimique de nitruration à basse température de 520°C) ;

- *en phase martensitique* (au cours du revenu à 300°C après le traitement thermochimique de carbonitruration avec un enrichissement en azote plus important par rapport à la carbonitruration conventionnelle).

De ce fait, le deuxième chapitre de ce mémoire est consacré à l'étude des conditions de stabilité et de l'évolution en fonction de la température (jusqu'à 300°C) des microstructures des aciers après traitements thermochimiques de nitruration et de carbonitruration :

- La première partie de ce chapitre présente l'étude de durcissement par la précipitation de nitrures de chrome nanométriques au cours du traitement de nitruration profonde des deux nuances d'aciers industriels 32CrMoV13 et 32CrMoV5.

- La deuxième partie représente l'étude du durcissement associant, la transformation de phase de type martensitique obtenue au cours d'un traitement de carbonitruration avec un enrichissement en azote plus important que par une carbonitruration conventionnelle, à la

précipitation de nitrures au cours du revenu à 300°C d'aciers faiblement alliés de type 27MnCr5 et 27CrMo4.

2.2. Durcissement par précipitation des nitrures de chrome des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13

2.2.1. Introduction

Dans un premier temps nous nous sommes intéressés au durcissement par la précipitation des nitrures de chrome de type CrN au cours du traitement thermochimique de nitruration à basse température (520°C). L'étude de la stabilité du durcissement par précipitation des nitrures de chrome de type CrN dans une matrice (structure bainitique résultant de la trempe et du revenu) a été effectuée aux températures de 300°C et de 420°C.

Les matériaux utilisés pour le traitement de nitruration sont les aciers alliés au chrome du type 32CrMoV5 et 32CrMoV13. Ces aciers sont employés dans l'industrie, notamment en pignonnerie pour les boîtes de transmission d'hélicoptère. La composition chimique des aciers utilisés est présentée dans le tableau 2.1.

Tableau 2.1. Compositions chimiques des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13

Nuance	%C	%Cr	%Mo	%Mn	%Si	%Ni	%V	%Al
32CrMoV5	0,33	1,35	1,2	0,9	0	0,75	0,3	0,2
32CrMoV13	0,34	2,94	0,86	0,53	0,26	0,11	0,29	0,01

Sur les aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 le traitement thermochimique de nitruration à la température de 520°C pendant 24h avec $K_n = 9$ suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C est effectué. Le traitement de nitruration est suivi de la série de revenus sous azote (à 300°C pendant 192h et 336h et à 420°C pendant 192h) pour étudier la stabilité et l'évolution des microstructures nitrurées avec l'augmentation de la température.

Les nuances d'acier 32CrMoV5 et 32CrMoV13 ont été choisies pour effectuer le traitement de nitruration sur deux critères : ils sont représentatifs du mode de durcissement par précipitation de nitrures, leurs microstructures et leur traitement thermochimique sont bien connus au Laboratoire de Sciences et Génie des Surfaces de l'école des Mines de Nancy et ils peuvent être réalisés facilement.

L'étude bibliographique [2.1-2.5] montre, que le durcissement des aciers alliés au chrome du type 32CrMoV5 et 32CrMoV13 obtenu après le traitement thermochimique de nitruration est attribué à la précipitation des nitrures de chrome de type CrN, qui sont semi-cohérents avec la matrice fer α et possèdent une structure cubique à faces centrées (CFC). Les nitrures de chrome de type CrN précipitent à partir du chrome présent en solution solide dans la matrice (structure bainitique résultant de la trempe et du revenu) au cours du traitement de nitruration. La caractérisation structurale des nitrures de chrome de type CrN a été étudiée dans notre équipe dans le cadre de la thèse de C. Ginter [2.6-2.7], qui a mis à notre disposition les documents présentés ci-dessous (figures 2.1-2.2).

L'étude de C. Ginter [2.6-2.7] a montré, que les précipités de nitrures semi-cohérents formés au cours de traitement de nitruration à basse température (520°C -48h-Kn = 1) dans la matrice cubique centrée sont du type MN (M = Fe, Cr) et ils peuvent contenir en substitution au chrome, d'autres éléments métalliques, en particulier jusqu'à 30%at. de fer (figures 2.1-2.2 – l'analyse EDX réalisée sur les précipités de nitrures montre la présence du fer). Ces précipités de nitrures du type MN ont une forme de plaquettes d'environ 10nm en longueur et de 1 à 2nm d'épaisseur (figure 2.1).

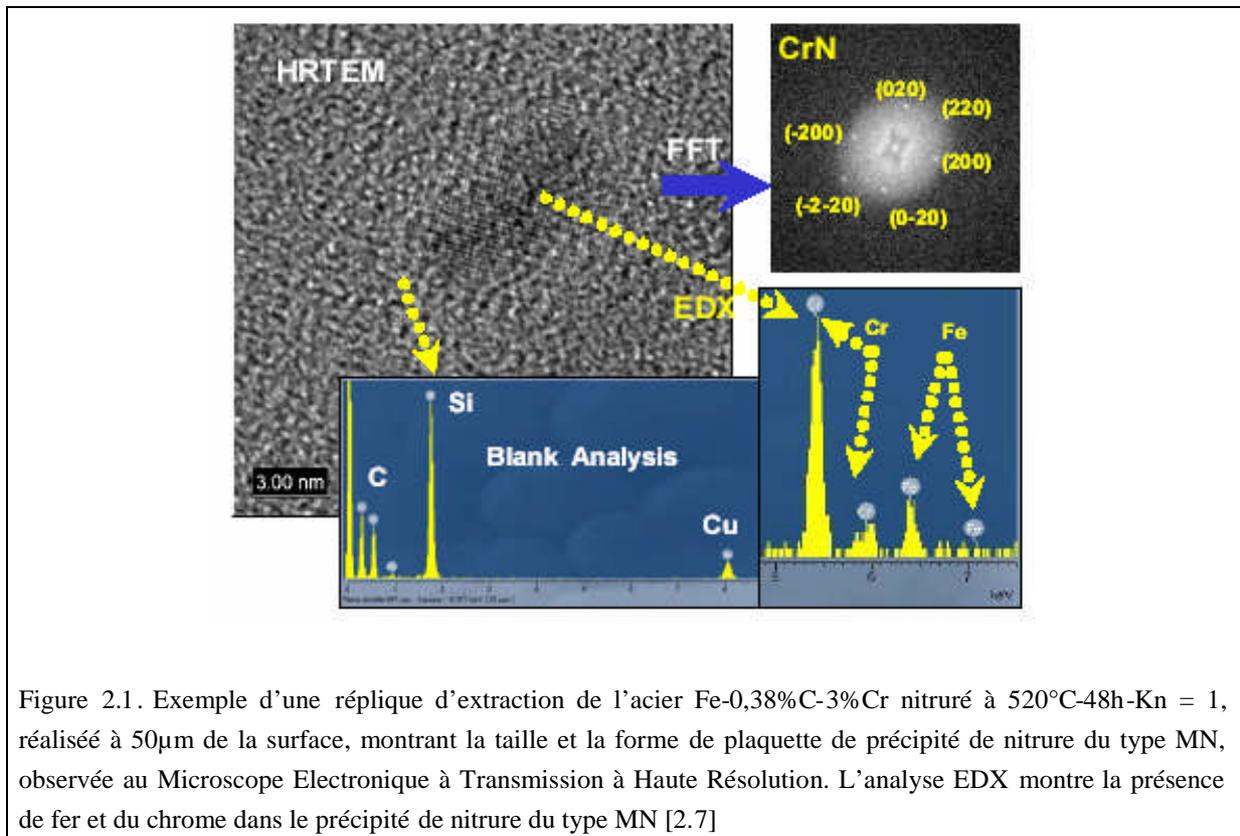


Figure 2.1. Exemple d'une réplique d'extraction de l'acier Fe-0,38%C-3%Cr nitruré à 520°C -48h-Kn = 1, réalisé à $50\mu\text{m}$ de la surface, montrant la taille et la forme de plaquette de précipité de nitrure du type MN, observée au Microscope Electronique à Transmission à Haute Résolution. L'analyse EDX montre la présence de fer et du chrome dans le précipité de nitrure du type MN [2.7]

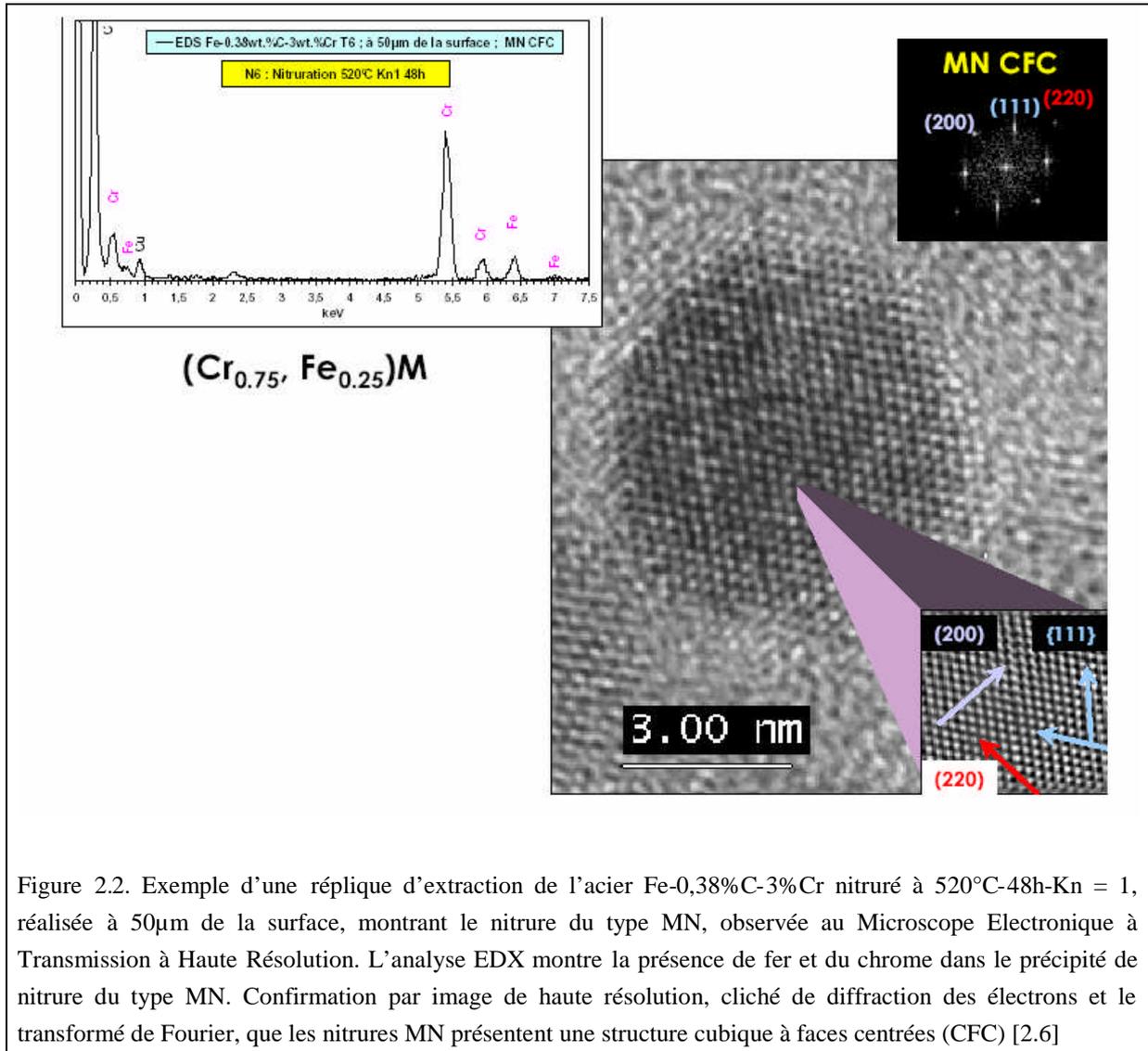


Figure 2.2. Exemple d'une réplique d'extraction de l'acier Fe-0,38%C-3%Cr nitruré à 520°C-48h-Kn = 1, réalisée à 50 μ m de la surface, montrant le nitrure du type MN, observée au Microscope Electronique à Transmission à Haute Résolution. L'analyse EDX montre la présence de fer et du chrome dans le précipité de nitrure du type MN. Confirmation par image de haute résolution, cliché de diffraction des électrons et le transformé de Fourier, que les nitrures MN présentent une structure cubique à faces centrées (CFC) [2.6]

Les carbures de revenu de type M_7C_3 et $M_{23}C_6$ présents dans la matrice cubique centrée, se transforment au cours de traitement de nitruration à 520°C-48h-Kn = 1 en nitrures de chrome de type MN (M = Fe, Cr), qui ont une forme globulaire [2.6].

Le durcissement des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 au cours de traitement thermochimique de nitruration à 520°C est essentiellement dû aux précipités semi-cohérents du type MN (M = Fe, Cr), en forme de plaquettes d'environ 10nm en longueur et de 1 à 2nm de l'épaisseur (figure 2.1) [2.6-2.7].

Les nitrures de chrome possèdent un paramètre de maille de 0,4140nm et lors du traitement de nitruration, ils précipitent en semi-cohérence avec la matrice cubique centrée suivant les relations d'orientations cristallographiques de Baker – Nutting [2.1, 2.8-2.9] :

$$(001)_{\text{Fe}\alpha} // (001)_{\text{CrN}}$$
$$[100]_{\text{Fe}\alpha} // [110]_{\text{CrN}}$$

Une représentation schématique des relations d'orientation entre les précipités des nitrures de type CrN et la matrice cubique centrée est présentée sur la figure 2.3. Dans un cristal cubique, l'existence des familles de plans équivalents de type $\{100\}$ va induire une précipitation des nitrures de chrome de type CrN suivant trois directions normales entre elles. Lors de cette étape de précipitation, la minimisation de leur énergie totale va être guidée par les valeurs des désaccords qui existent entre les deux réseaux. Ce processus va alors mener à la formation de précipités des nitrures nanométriques de type CrN en forme de plaquettes [2.1-2.2, 2.6-2.8, 2.10].

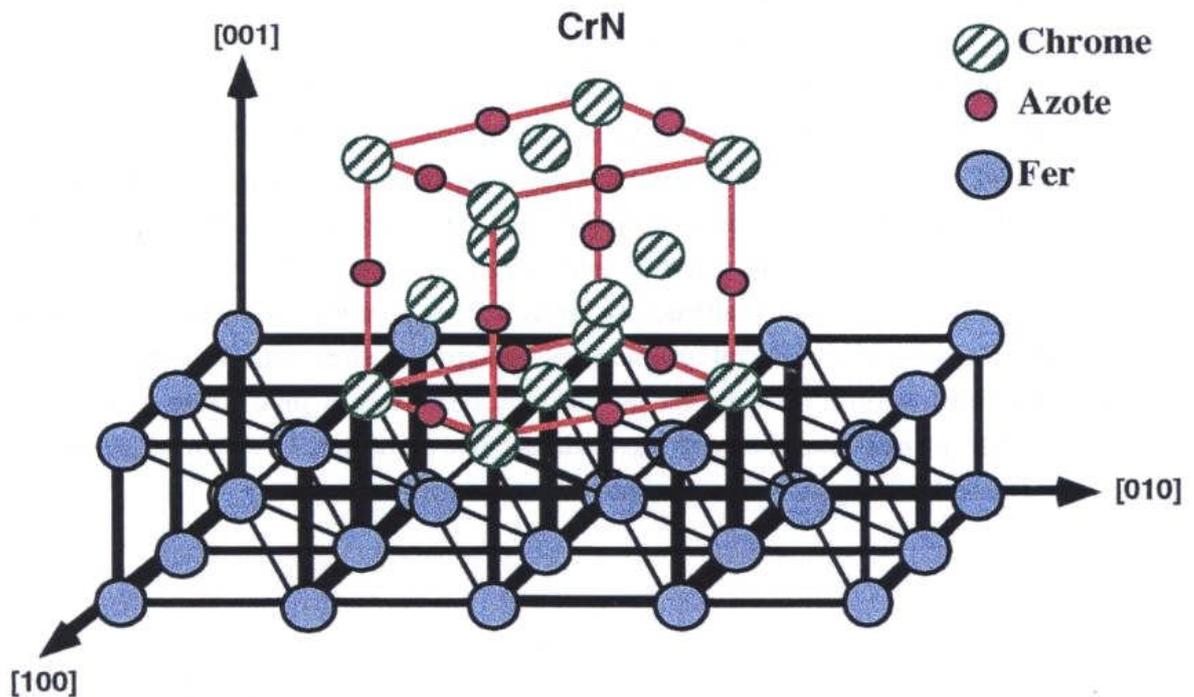


Figure 2.3. Schématisation de la disposition de la maille CrN par rapport à la maille cubique centrée [2.1]

La formation de fins précipités des nitrures de chrome de type CrN dans la matrice au cours du traitement de nitruration provoque le durcissement structural de la couche superficielle du matériau dont l'origine provient de l'effet d'ancrage des dislocations par ces précipités. Leur déplacement est fortement freiné et la déformation plastique est retardée. Les

précipités de nitrures de chrome sont donc des obstacles efficaces au mouvement des dislocations. La précipitation de nitrures de chrome dans la couche superficielle du matériau conduit à une augmentation de volume de cette couche, ce qui génère des contraintes de compression [2.11-2.12].

2.2.2. Durcissement des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 au cours du traitement de nitruration à 520°C

Enrichissement en azote

L'étude du durcissement des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 au cours du traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9 commence par l'analyse de la fraction massique d'azote dans les matériaux traités. Les profils de fraction massique d'azote dans les deux aciers, effectués à l'aide de la microsonde électronique, sont présentés sur la figure 2.4.

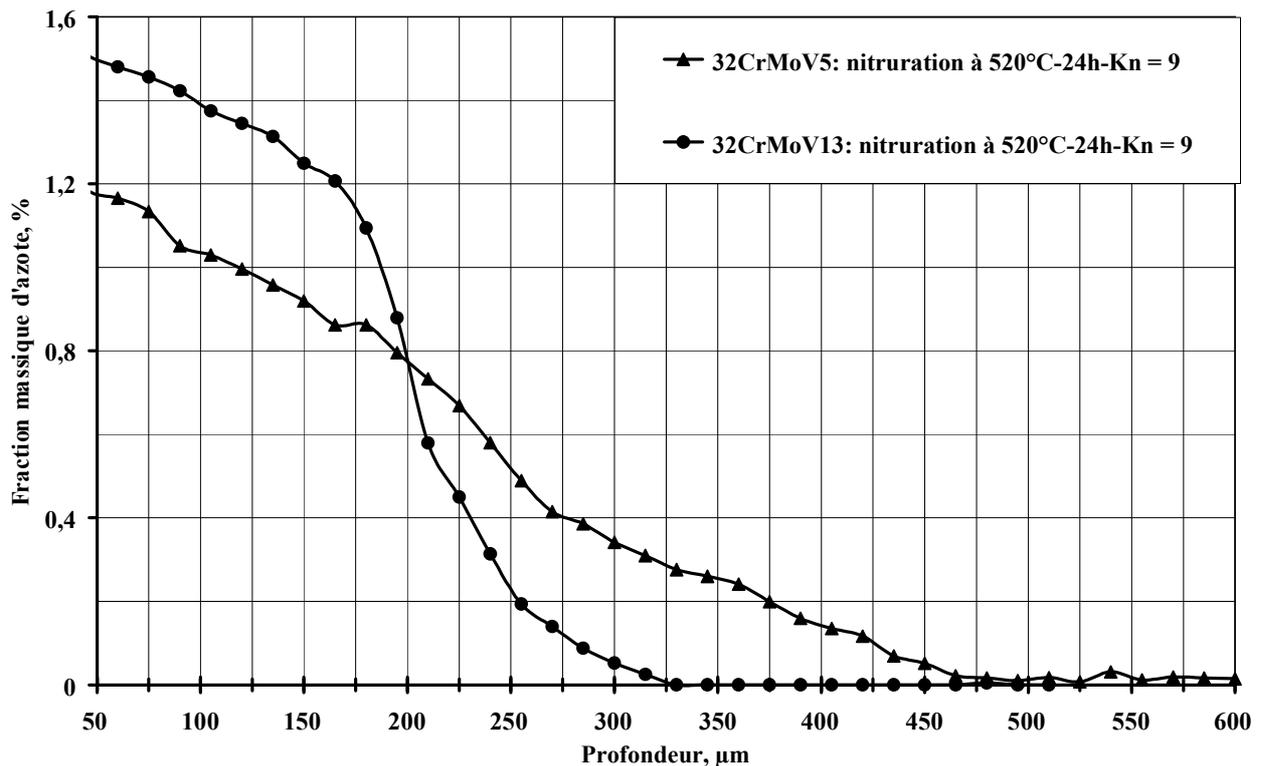


Figure 2.4. Profils de fraction massique d'azote des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 après traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9

La fraction massique d'azote en surface après traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9 est de l'ordre de 1,2% pour l'acier 32CrMoV5, et de 1,5% pour l'acier 32CrMoV13.

L'azote diffuse jusqu'à une profondeur de 400 μ m sous la surface pour l'acier 32CrMoV5, et de 300 μ m pour l'acier 32CrMoV13.

L'enrichissement en azote des couches superficielles des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 au cours du traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9 provoque la précipitation des nitrures de chrome de type CrN dans la matrice cubique centrée des deux aciers. Les tailles de ces précipités en forme de plaquettes qui sont d'environ 10nm en longueur et de 1 à 2nm d'épaisseur [2.6-2.7] ne permettent pas de les identifier par les moyens de la diffraction des rayons X (figure 2.5). La figure 2.5 présente le cliché de diffraction des rayons X de l'acier 32CrMoV13 après traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9 (le cliché est identique pour l'acier 32CrMoV5).

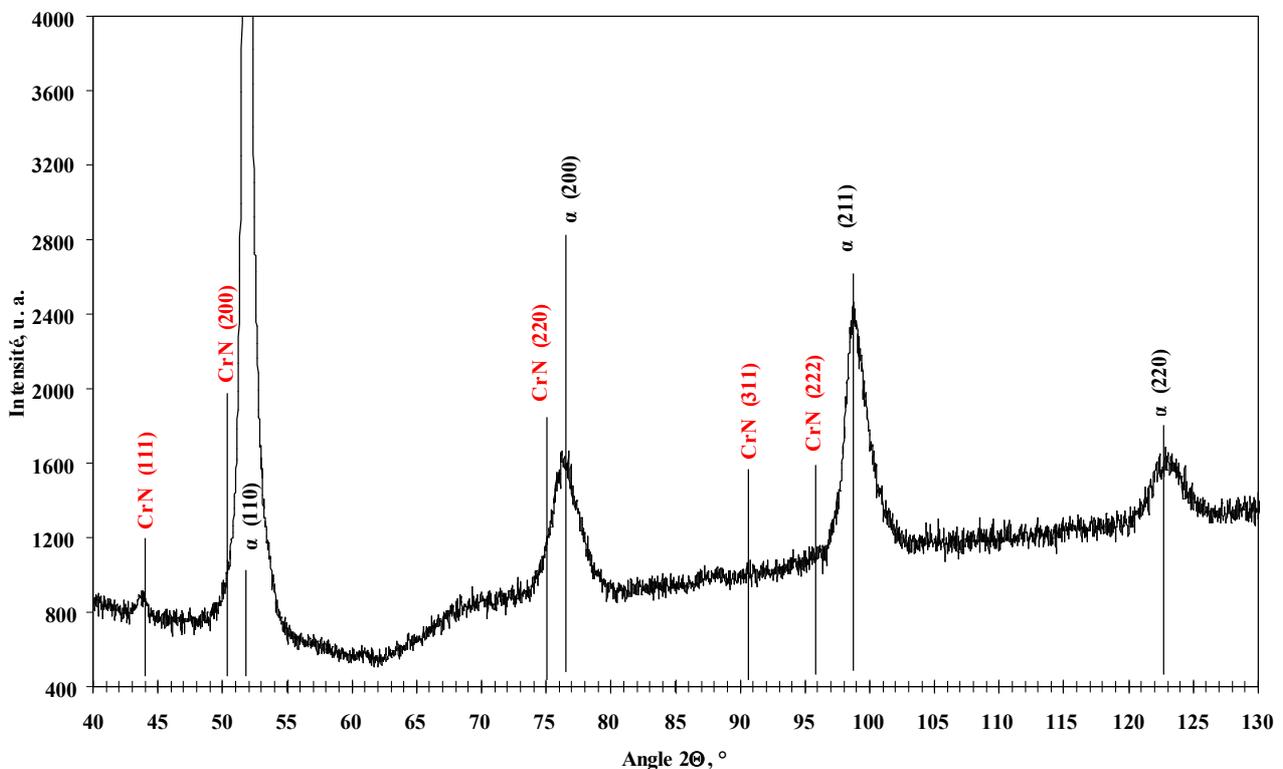


Figure 2.5. Cliché de diffraction des rayons X de l'acier 32CrMoV13 après traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9

Nous faisons référence au travail de thèse de C. Ginter (figures 2.1-2.2) [2.6-2.7], qui démontre à l'aide de la microscopie électronique à transmission à haute résolution la précipitation des nitrures de chrome nanométriques de type CrN dans la matrice cubique centrée au cours du traitement thermochimique de nitruration à 520°C.

Durcissement des couches superficielles

La précipitation des nitrures de chrome de type CrN dans la matrice cubique centrée entraîne le durcissement des couches superficielles des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13. La figure 2.6 donne les filiations de microdureté des couches superficielles des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 après traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9.

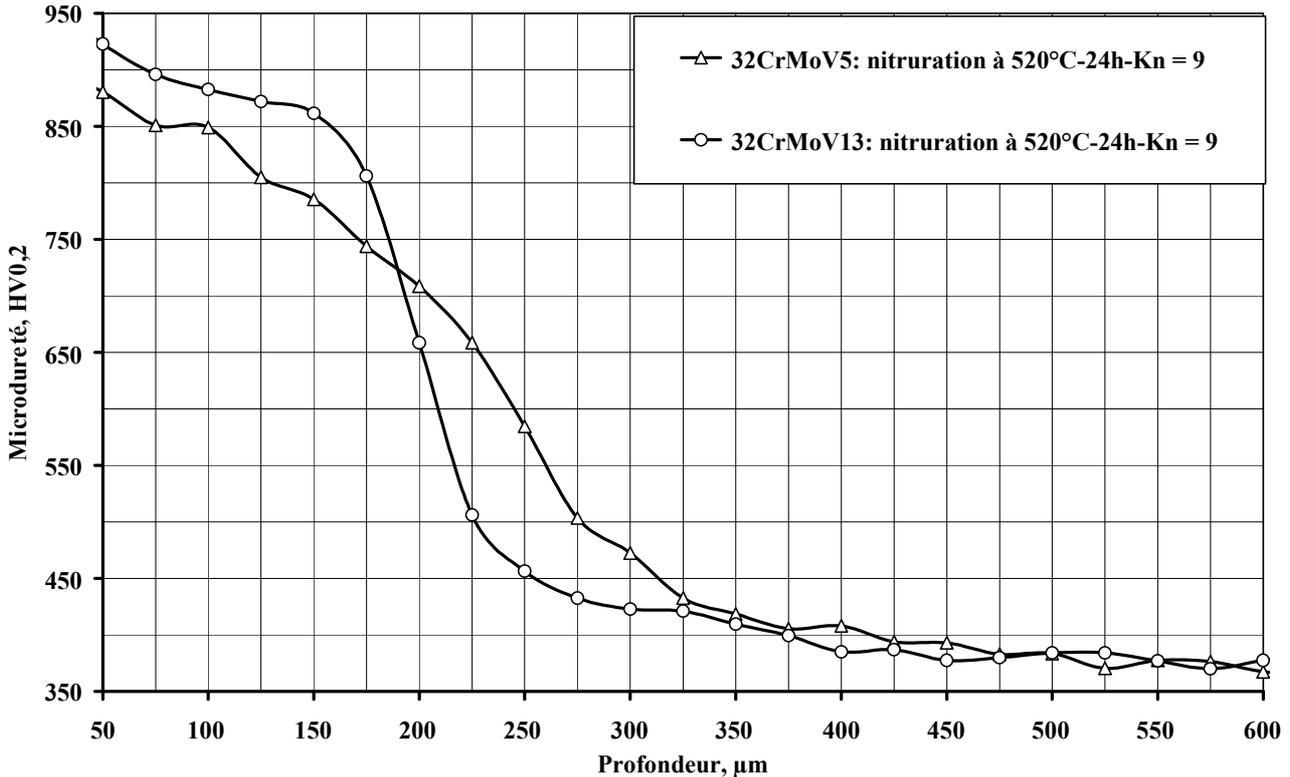


Figure 2.6. Profils de microdureté des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 après traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9

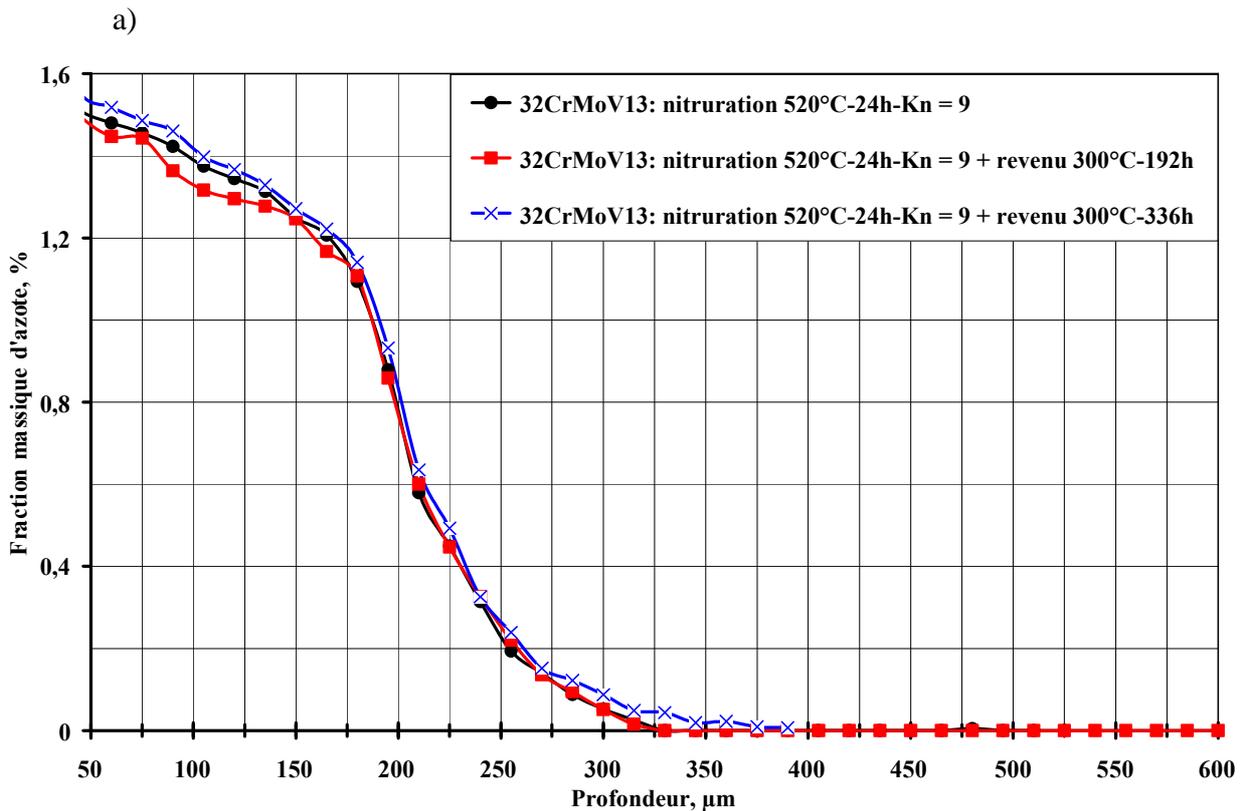
Les filiations de microdureté des couches superficielles des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 sont caractérisées par la valeur maximale en surface de l'ordre de 850 à 900HV_{0,2} avec des paliers des valeurs de microdureté sur 150µm de la profondeur, puis par une décroissance progressive des valeurs en allant vers le cœur pour les deux aciers. La profondeur efficace du traitement de nitruration est localisée à 250µm sous la surface des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13. Cette profondeur efficace est obtenue après 24h de traitement de nitruration à 520°C (Kn = 9). En augmentant le temps de traitement de nitruration à 520°C les profondeurs efficaces plus grandes avec les paliers des valeurs de microdureté plus importants peuvent être réalisées dans les couches superficielles des aciers

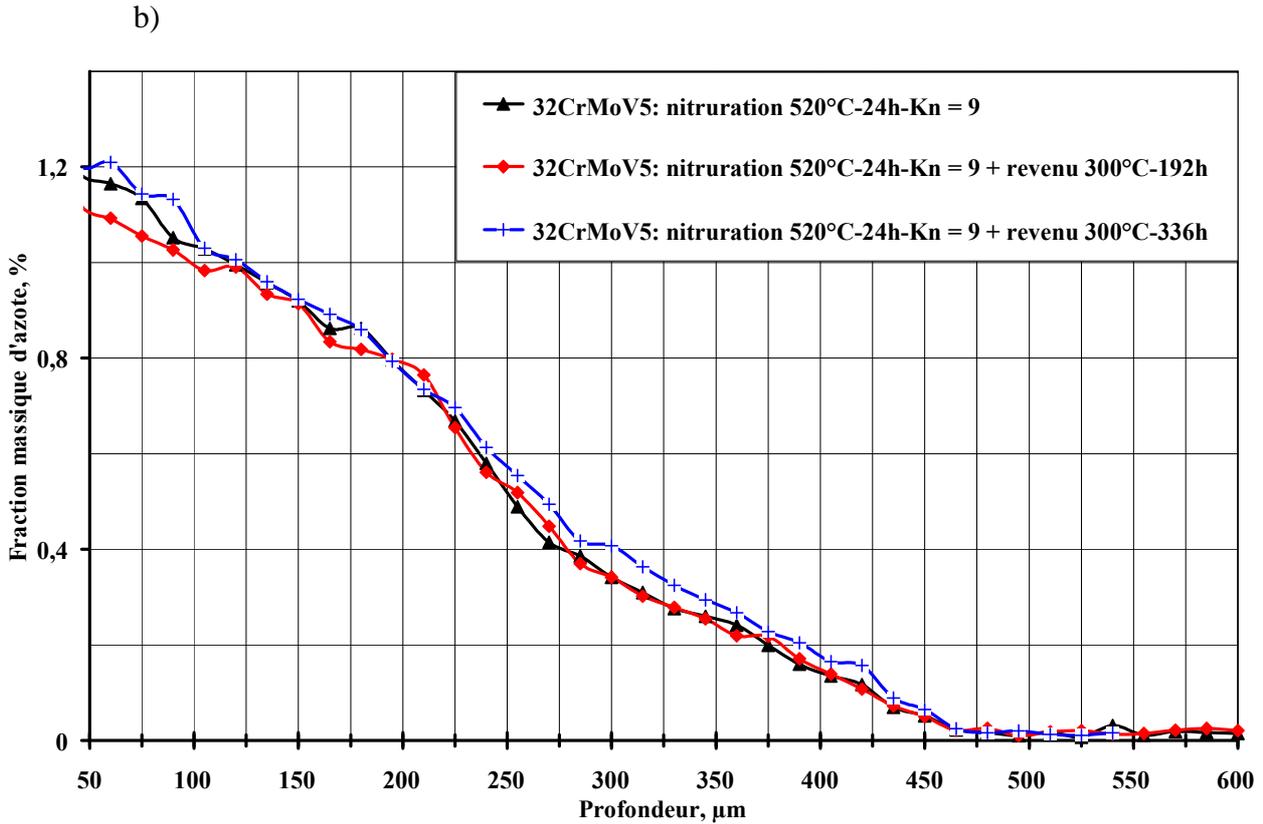
32CrMoV5 et 32CrMoV13 (le temps de traitement supérieur à 100h est nécessaire pour obtenir une profondeur efficace de 1mm).

2.2.3. Stabilité des couches nitrurées des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 avec l'augmentation de la température de 300°C à 420°C

Profils de fraction massique d'azote

Les profils de fraction massique d'azote obtenus dans les couches superficielles des deux aciers après le traitement de revenu à 300°C pendant 192 et 336h ne sont pratiquement pas modifiés par rapport à ceux obtenus après le traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9. Les figures 2.7a-b présentent les profils de fraction massique d'azote réalisés dans les couches superficielles des aciers 32CrMoV13 et 32CrMoV5 après traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9 et après traitements de revenu sous azote à 300°C-192h et 300°C-336h.





Les profils de fraction massique d'azote des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 après traitement de nituration à 520°C-24h-Kn = 9 suivi du revenu sous azote à 420°C-192h montrent (figures 2.8a-b), que jusqu'au point d'intersection des courbes, la fraction massique d'azote est diminuée par rapport à celles obtenues après traitement de nituration à 520°C-24h-Kn = 9 et après traitement de revenu sous azote à 300°C-336h.

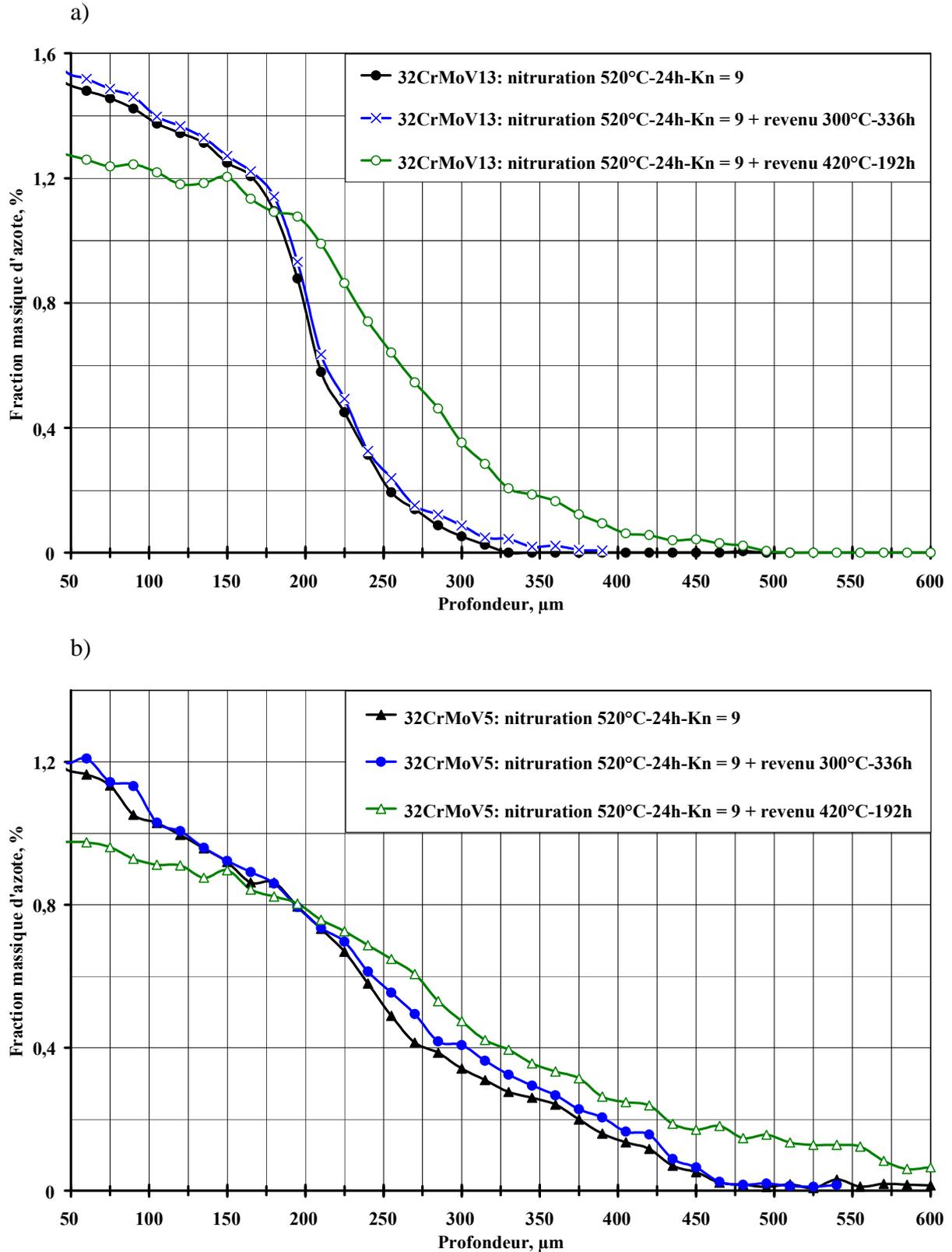


Figure 2.8. Profils de fraction massique d'azote après traitement de nituration à 520°C-24h-Kn = 9
et après traitements de revenu sous azote à 300°C-336h et 420°C-192h

a) acier 32CrMoV13 ; b) acier 32CrMoV5

Le travail de thèse de C. Ginter [2.6] a montré, que la diminution de cette fraction massique d'azote avant le point d'intersection des profils s'explique par le fait, que les nitrures de type MN (M = Fe, Cr) précipités dans les couches superficielles des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 au cours de traitement de nitruration à 520°C, perdent des atomes du fer et, par conséquent, perdent des atomes d'azote, à la température de 420°C lors de la diffusion, sous azote, à flux nul à l'interface gaz - solide.

Ces atomes d'azote libérés diffusent vers l'intérieur du matériau, dans le gradient du potentiel chimique d'azote, se combinent avec les atomes du chrome, disponibles en solution solide après le point d'intersection des profils, pour former les nitrures de chrome de type CrN. Pour cette raison les profils de fraction massique d'azote à l'issue du traitement de revenu sous azote à 420°C-192h des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 nitrurés présentent une profondeur de diffusion plus importante (d'environ 550µm) qu'après le traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9 (300µm).

L'allure des profils de fraction massique d'azote des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 après traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9 suivi du revenu sous azote à 420°C-192h s'explique par l'évolution de la composition des nitrures de type MN (M = Fe, Cr) démontrée par l'analyse EDX en microscopie électronique à transmission [2.6].

Stabilité de durcissement

Les résultats expérimentaux montrent, que il n'y aucune évolution de microdureté des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 nitrurés après traitement de revenu sous azote à 300°C pendant 192 et 336h. Les figures 2.9a-b représentent les filiations de microdureté des aciers 32CrMoV13 et 32CrMoV5 après traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9 et après traitements de revenu sous azote à 300°C pendant 192 et 336h et à 420°C-192h.

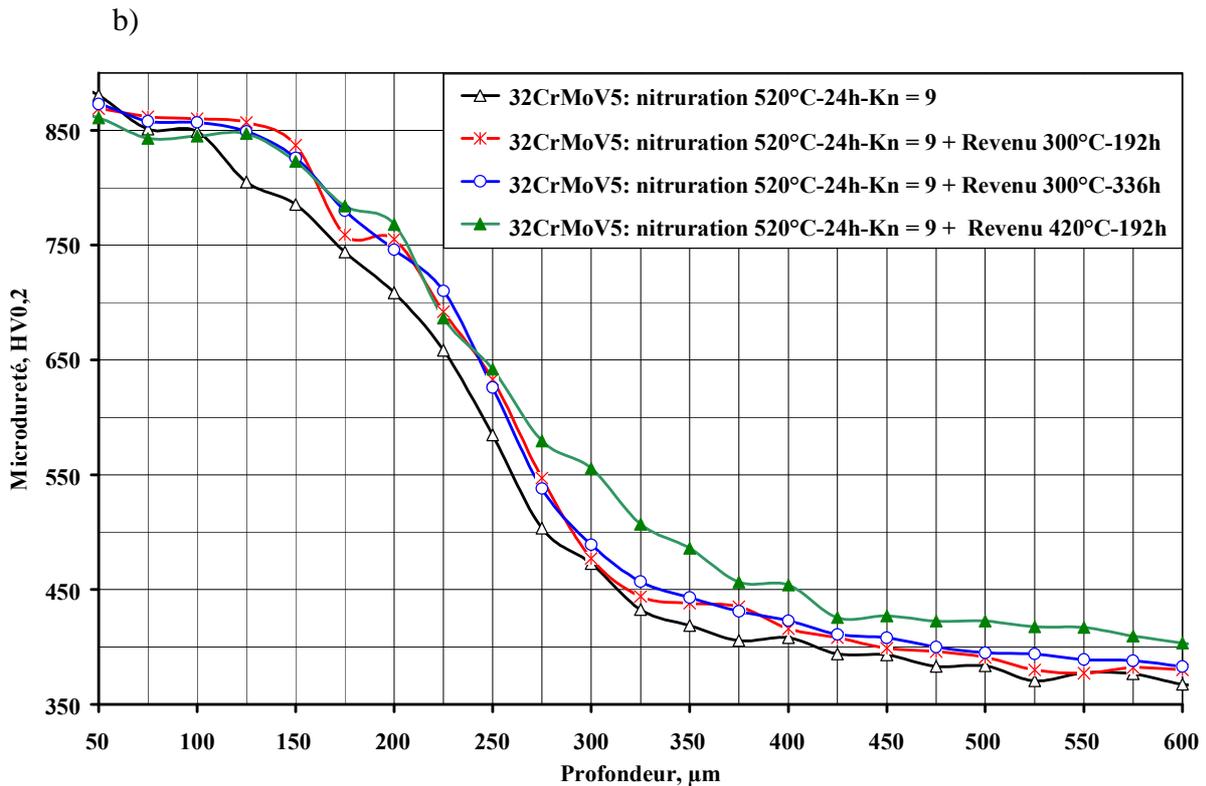
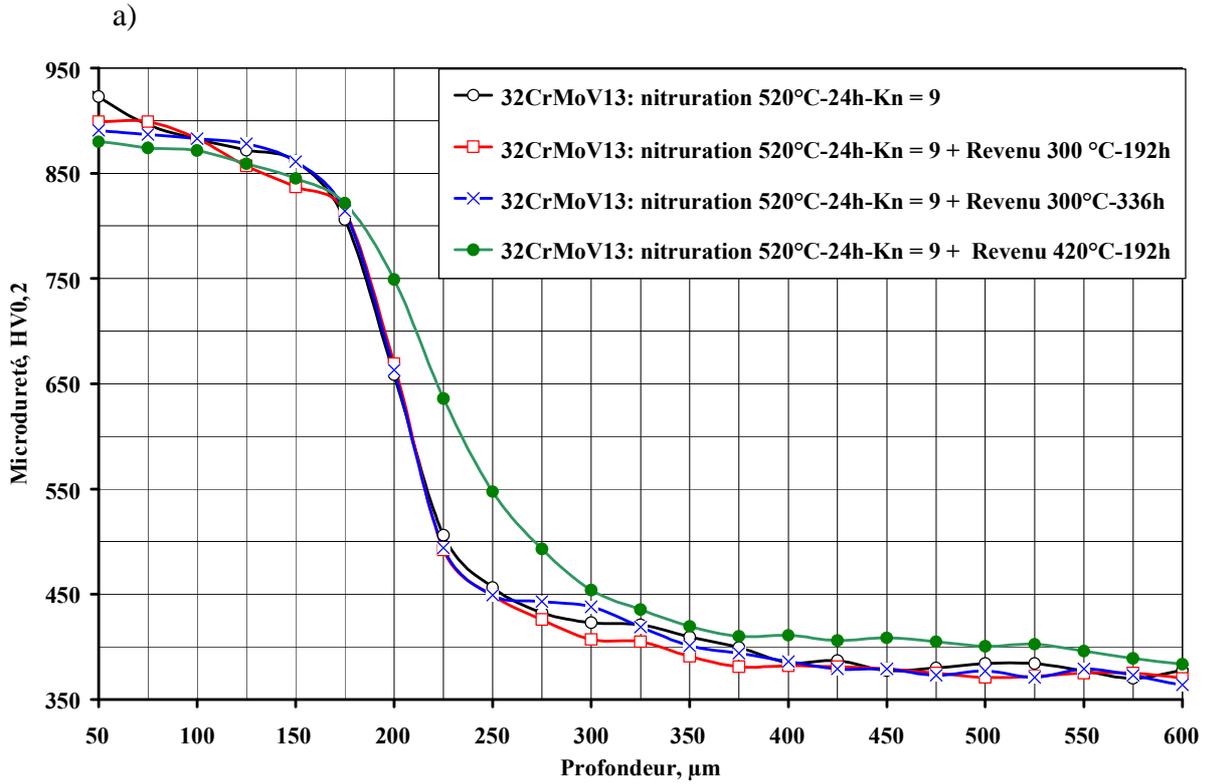


Figure 2.9. Profils de microdureté après traitement de nituration à 520°C-24h-Kn = 9
et après traitements de revenu sous azote à 300°C-192 et 336h et 420°C-192h

a) acier 32CrMoV13 ; b) acier 32CrMoV5

Les variations de microdureté des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 sont faibles (d'ordre de 50HV_{0,2}) après traitement de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9 suivi du revenu sous azote réalisé à 420°C-192h (figures 2.9a-b). Les précipités de nitrures de type MN (M = Fe, Cr) perdent une partie de fraction massique d'azote à la température de 420°C, qui diffuse vers l'intérieur du matériau pour former les nitrures de chrome de type CrN. La faible perte de fraction massique d'azote des précipités de nitrures de type MN ne s'accompagne pas d'un phénomène de coalescence, en conséquence l'adoucissement observé des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 nitrurés est faible (d'ordre de 50HV_{0,2}) après traitement de revenu sous azote réalisé à 420°C-192h.

► **En résumé**, le durcissement par précipitation de nitrures nanométriques semi-cohérents isomorphes du nitrure de chrome CrN mais contenant en substitution au chrome, d'autres éléments métalliques, en particulier jusqu'à 30%at. du fer, au cours de traitement thermochimique de nitruration à 520°C-24h-Kn = 9 des aciers du type 32CrMoV13 et 32CrMoV5 conduit à des duretés superficielles de l'ordre de 850 à 900HV_{0,2} et les profondeurs efficaces de 250µm. En augmentant le temps de traitement de nitruration à 520°C les profondeurs efficaces plus grandes peuvent être réalisées dans les couches superficielles des deux aciers (le temps de traitement supérieur à 100h est nécessaire pour obtenir une profondeur efficace de 1mm). Les résultats expérimentaux montrent, que il n'y aucune évolution de microdureté des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 nitrurés après traitement de revenu sous azote à 300°C pendant 192 et 336h (les mesures sont réalisées à la température ambiante). Les variations de microdureté des deux aciers sont faibles (d'ordre de 50HV_{0,2}) après traitement de revenu sous azote réalisé à 420°C-192h.

2.3. Durcissement par trempe martensitique associé à la précipitation de nitrures au cours d'un revenu: enrichissement en carbone et en azote des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4

2.3.1. Introduction

Le durcissement et la mise en contrainte de compression par la transformation de phase de type martensitique, obtenue au cours d'un traitement de carbonituration avec un enrichissement en azote plus important que par la carbonituration conventionnelle, permettant d'avoir une précipitation éventuelle de nitrures de chrome de dimensions nanométriques de type CrN au cours de revenu à 300°C d'aciers faiblement alliés, peuvent répondre aux objectifs de cette étude.

L'étude bibliographique effectuée dans le premier chapitre de ce mémoire montre, que le traitement thermo-chimique de carbonituration ou de cémentation conventionnelle d'aciers faiblement alliés du type 27CrMo4 et 27MnCr5 ne permet pas d'apporter la solution au problème posé dans ce travail, puisque les propriétés de ces aciers évoluent avec l'augmentation de la température. En effet, le durcissement et la mise en contraintes de compression au cours d'une carbonituration ou d'une cémentation conventionnelle sont le résultat d'une transformation martensitique. La phase martensitique formée n'est pas stable à 300°C (les phénomènes se produisant au cours de revenu de la structure martensitique sont décrits dans le paragraphe 1.4.2 du chapitre 1); avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C la diminution de la dureté et la relaxation des contraintes résiduelles se produisent.

Il est cependant intéressant d'étudier le comportement à 300°C de structures martensitiques obtenues au cours de traitement de carbonituration profonde avec un enrichissement en azote plus important que pour la carbonituration conventionnelle. Cette importante concentration en azote permet-elle d'obtenir, au cours du revenu à 300°C, la formation de nano – précipités, dont l'effet durcissant pourra compenser en partie l'adoucissement résultant de la décomposition de la phase martensitique ?

Y.Watanabe et al. [2.13] ont réalisé le traitement de carbonituration d'une nuance d'acier 20Cr4, utilisée pour les engrenages des boîtes de vitesses, en deux étapes (figure 2.10) avec l'enrichissement en azote plus important (pourcentage de l'ammoniac $\text{NH}_3 = 8\%$; potentiel de carbone $P_c = 0,8$), par rapport à la carbonituration conventionnelle classique (pourcentage de l'ammoniac $\text{NH}_3 = 1\%$), ce qui permet d'obtenir la fraction massique d'azote à la surface de l'ordre de 0,8% et la diffusion de l'azote jusqu'à 300µm de profondeur [2.13].

La figure 2.10 présente le cycle de traitement de carbonitruration réalisé par Y.Watanabe et al. [2.13].

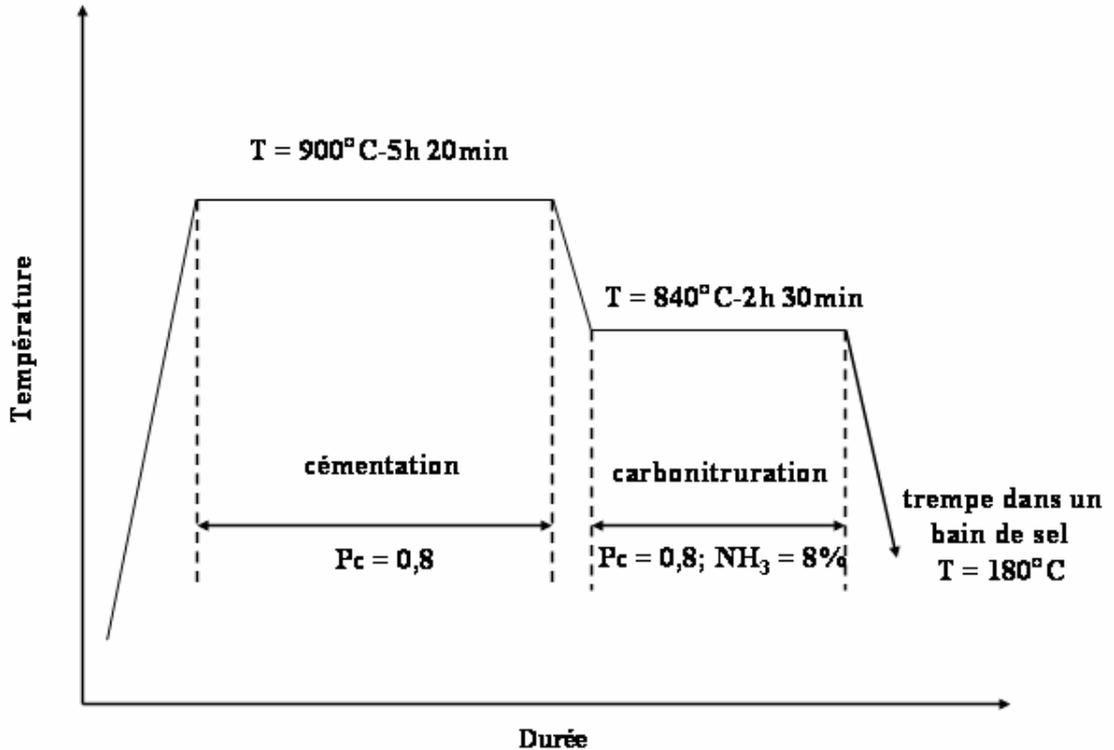


Figure 2.10. Cycle du traitement de carbonitruration
réalisé par Y. Watanabe et al. [2.13]

Y.Watanabe et al. [2.13] concluent qu'après le traitement thermo-chimique de carbonitruration de l'acier 20Cr4 avec l'enrichissement en azote plus important que pour la carbonitruration conventionnelle classique, la résistance à l'adoucissement de la couche carbonitrurée au cours du revenu effectué à 300°C est supérieure à la résistance du même acier cémenté (figure 2.11), ce qui est liée, selon les auteurs, à la précipitation de nitrures de fer de type $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$.

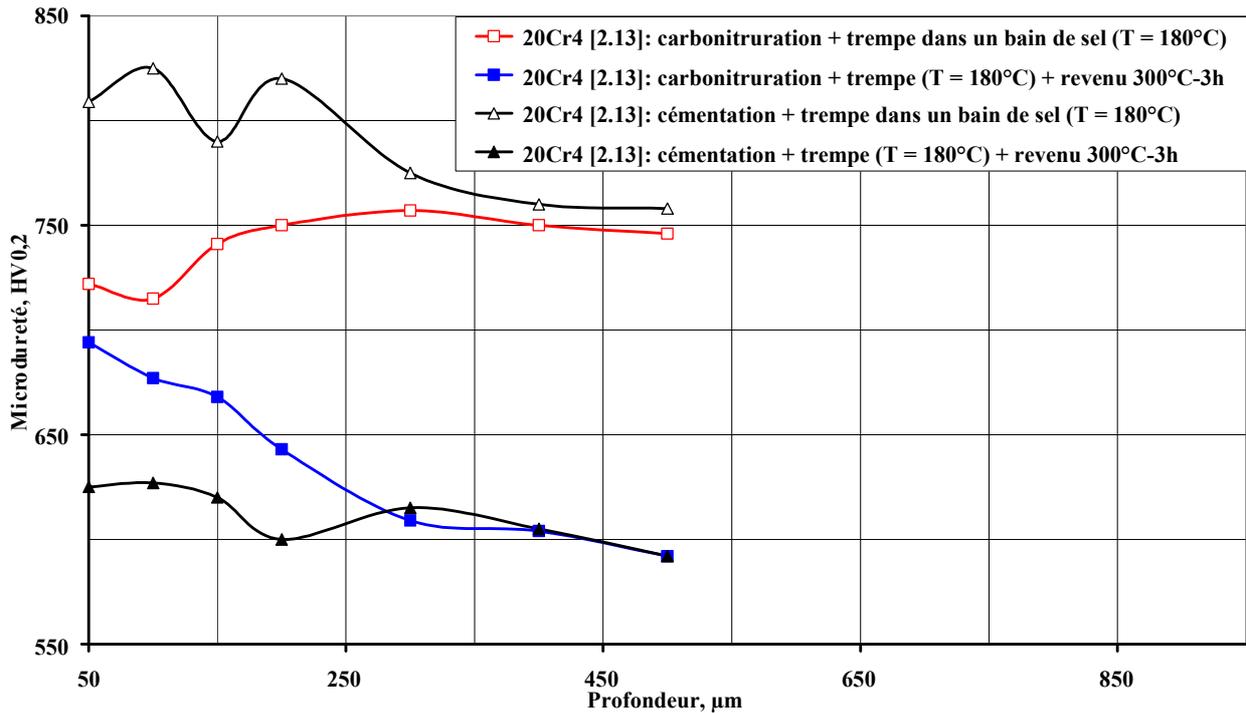


Figure 2.11. Profils de microdureté de l'acier 20Cr4 après traitements de carbonitruration et de cémentation et après traitement de revenu à 300°C-3h [2.13]

Nous avons décidé d'étudier les possibilités d'un traitement de carbonitruration avec l'enrichissement en azote plus important par rapport à la carbonitruration conventionnelle sur les nuances d'acier *27MnCr5* et *27CrMo4*. La composition chimique de ces aciers est présentée dans le tableau 2.2.

Tableau 2.2. Compositions chimiques des aciers *27CrMo4* et *27MnCr5*

Nuance	%C	%Cr	%Mo	%Mn	%Si
<i>27CrMo4</i>	0,27	1,15	0,27	-	-
<i>27MnCr5</i>	0,27	0,98	-	1,2	0,25

Les aciers *27MnCr5* et *27CrMo4* sont typiquement utilisés dans l'industrie automobile notamment pour la fabrication des pignons de boîte de vitesses.

2.3.2. Durcissement par trempe martensitique des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 : traitement de carbonitruration profonde et à forte concentration en azote

Nous avons reproduit d'abord le cycle du traitement de carbonitruration réalisé par Y. Watanabe et al. [2.13], ce qui permet de comparer les résultats.

Ensuite nous avons cherché à diminuer la durée de traitement en augmentant simultanément le potentiel de carbone [2.14] (de $P_c = 0,8$ à $P_c = 1,4$) au cours de la première étape de traitement (enrichissement en carbone) et la température de cette première étape (de 900 à 960°C) : ce cycle a pour objectif d'obtenir les mêmes structures et les mêmes compositions des couches carbonitrurées que celui de Y. Watanabe et al. [2.13], mais avec des durées de traitements plus courtes. Nous allons l'appeler dorénavant le cycle de traitement de carbonitruration « profonde ».

Dans le but de réduire la proportion d'austénite résiduelle dans les couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4, nous avons réalisé le traitement par le froid dans le méthanol à la température de -100°C après la carbonitruration profonde. Le tableau 2.3 représente un récapitulatif des cycles réalisés.

Les traitements de revenu sous azote à 300°C de 3, 15 et 100h sont réalisés dans le but d'étudier l'évolution des couches carbonitrurées des deux aciers avec l'augmentation de la température et du temps.

**Chapitre 2 : Etude des conditions de stabilité et de l'évolution des microstructures
des différents modes de durcissement**

Tableau 2.3. Cycles des traitements de carbonituration effectués sur les aciers 27MnCr5 et 27CrMo4

Traitement	1 ^{ère} étape : Enrichissement en carbone			2 ^{ème} étape : Enrichissement simultané en carbone et en azote				Conditions de la trempe	
	Température de traitement	Durée de traitement	Potentiel de carbone, Pc	Température de traitement	Durée de traitement	Potentiel de carbone, Pc	Pourcentage de l'ammoniac NH ₃	Dans la solution de polymère à 25°C	Traitement par le froid (dans le méthanol à -100°C)
Cycle réalisé par Watanabe et al. [2.13]	900°C	5h 15min	0,8	840°C	2h 30min	0,8	8%	+	-
Carbonituration profonde	960°C	1h 15min	1,4	840°C	2h 30min	0,8	8%	+	-
Carbonituration profonde suivi du passage par le froid	960°C	1h 15min	1,4	840°C	2h 30min	0,8	8%	+	+

Profils de fraction massique de carbone et d'azote

Nous avons reproduit le cycle de traitement de carbonituration proposé par Y. Watanabe et al. [2.13]. Les couches carbonitrurées des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 montrent une fraction massique d'azote en surface plus importante par rapport au traitement de carbonituration conventionnelle (0,1-0,3%). La fraction massique d'azote en surface à l'issue du traitement de carbonituration profonde est de l'ordre de 0,95% pour l'acier 27MnCr5 et de 0,75% pour l'acier 27CrMo4 (figure 2.12). L'azote diffuse jusqu'à 350 μ m de profondeur pour les deux nuances d'acier, ce qui est bien en concordance avec Y. Watanabe et al. [2.13].

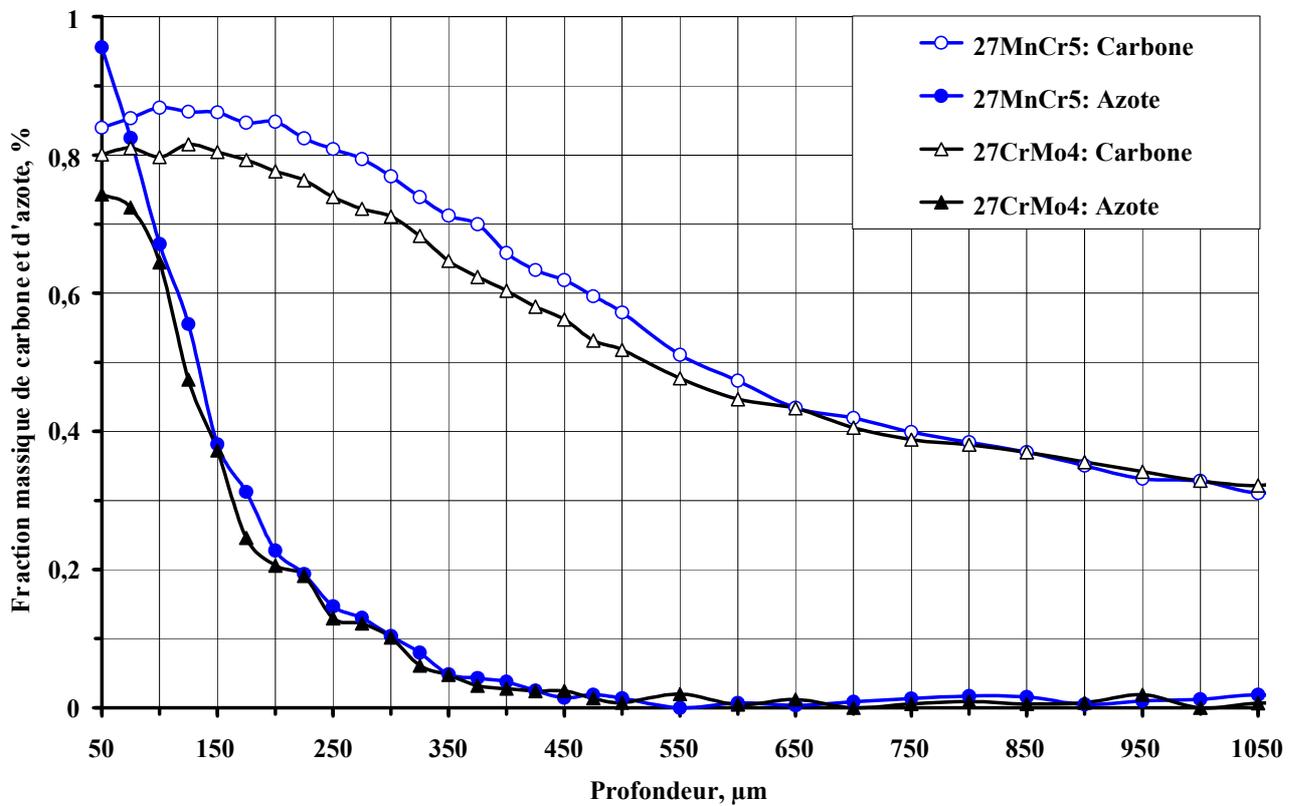


Figure 2.12. Profils de fraction massique d'azote et de carbone des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après la reproduction du cycle de la carbonituration réalisé par Y. Watanabe et al. [2.13]

Le traitement de carbonituration profonde, que nous avons mis au point, permet d'obtenir la même configuration des profils de fraction massique de carbone et d'azote que celle réalisée par Y. Watanabe et al. [2.13], mais avec une durée du traitement plus courte (4h contre 8h de la durée de cycle proposé par Y. Watanabe et al. [2.13]). La figure 2.13 présente

les profils de fraction massique de carbone et d'azote obtenus dans les couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après le traitement de carbonituration profonde.

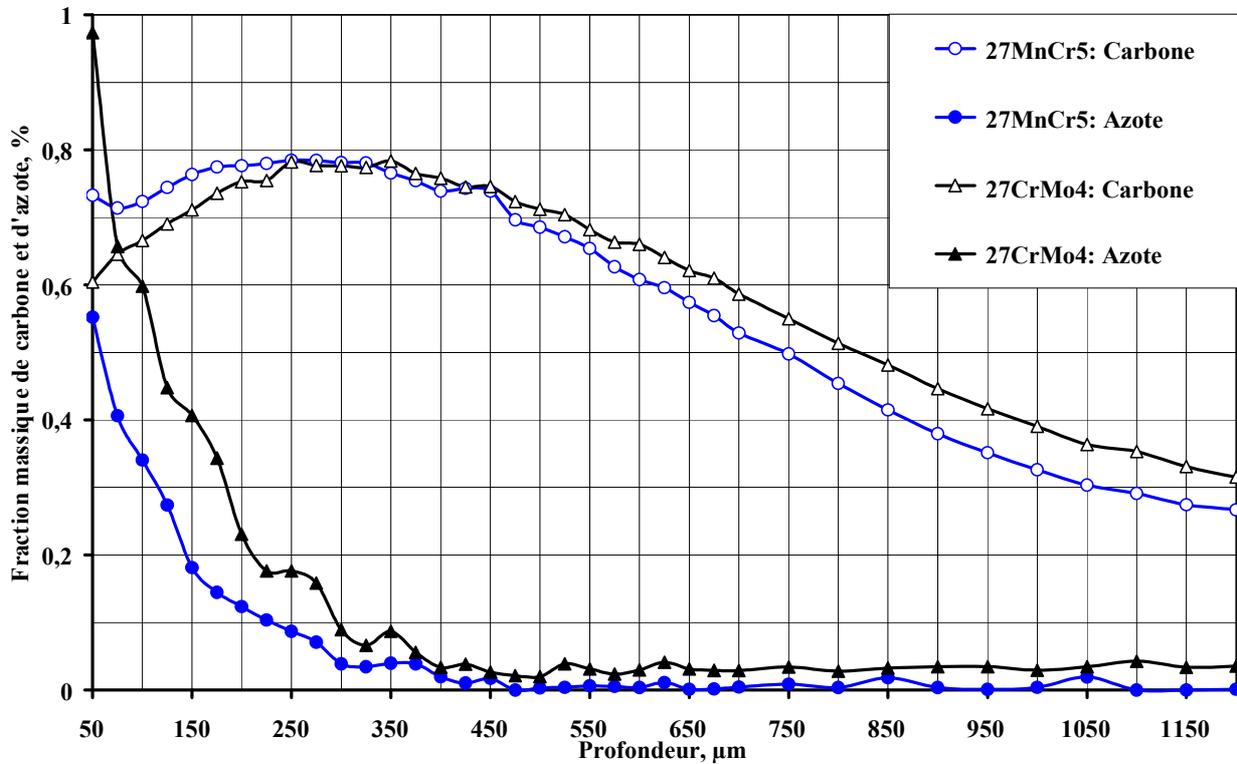


Figure 2.13. Profils de fraction massique d'azote et de carbone des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après traitement de carbonituration profonde

Le traitement de carbonituration profonde conduit à des profils de fraction massique de carbone dans les couches superficielles, qui forment des « plateaux » jusqu'à une profondeur de 600 μm . La fraction massique d'azote en surface à l'issue du traitement de carbonituration profonde est de l'ordre de 0,6% pour l'acier 27MnCr5 et de 0,95% pour l'acier 27CrMo4. Ces fractions massiques d'azote sont très élevées par rapport à celles qui peuvent être obtenues après un traitement de carbonituration conventionnelle (de l'ordre de 0,1-0,3%). L'azote diffuse jusqu'à 350 μm de profondeur pour les deux nuances d'acier.

Proportion d'austénite résiduelle

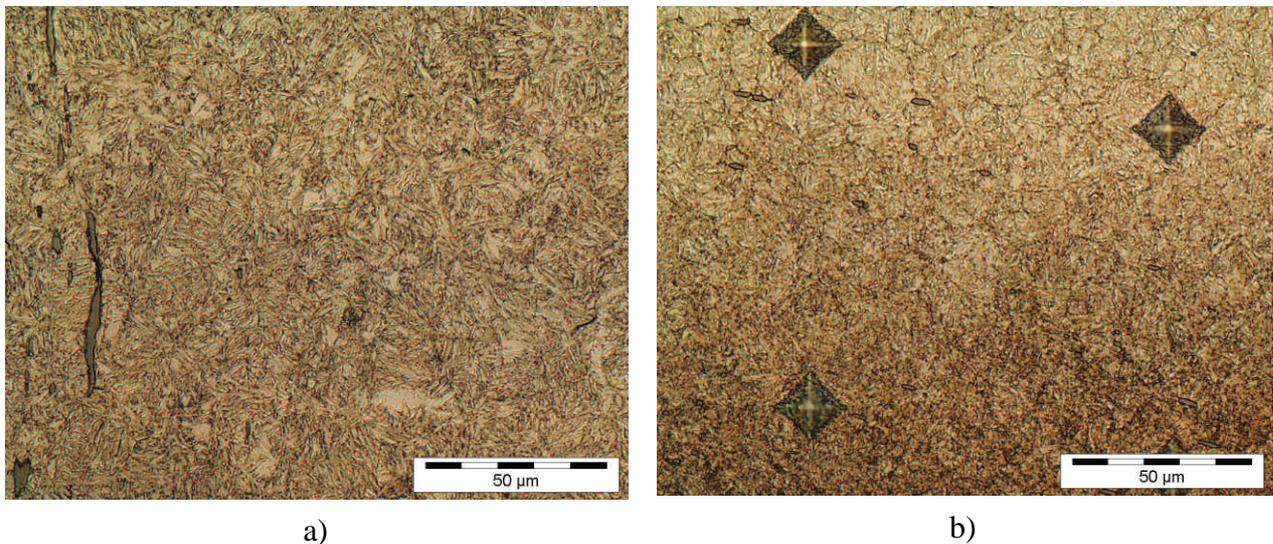
L'opération de trempe dans la solution de polymère à 25°C à la fin du traitement thermochimique de carbonituration profonde conduit à la transformation de la matrice austénitique en phase martensitique et à la formation des proportions d'austénite résiduelle dans les couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4.

Cette proportion, déterminée à l'aide de la diffraction des rayons X, est présentée dans le tableau 2.4.

Tableau 2.4. Proportion d'austénite résiduelle dans les couches superficielles
des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après traitement
de carbonituration profonde

Nuance de l'acier	Proportion en austénite résiduelle, %
27MnCr5	16
27CrMo4	15

Les photographies 2.1a-b révèlent la présence de l'austénite résiduelle dans la microstructure des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après le traitement de carbonituration profonde.



Photographie 2.1. Microstructure après traitement de
carbonituration profonde - austénite résiduelle (x500)
a) acier 27MnCr5 ; b) acier 27CrMo4

L'austénite résiduelle présente dans les couches superficielles influence le niveau de microdureté du matériau. D'autre part, l'austénite résiduelle est instable et elle se transforme sous contrainte ou sous l'effet de la température [2.15-2.17]. La méthode la plus courante

pour diminuer la proportion de l'austénite résiduelle dans l'acier est de soumettre les pièces à un traitement par le froid à une température de l'ordre de -100°C [2.17].

Le traitement par le froid à -100°C , que nous avons réalisé après le traitement de carbonituration profonde, permet de poursuivre la transformation de l'austénite non transformée à la température ambiante en martensite, donc de diminuer la proportion de l'austénite résiduelle dans les couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 (tableau 2.5).

Tableau 2.5. Proportion d'austénite résiduelle dans les couches superficielles
des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4

Traitement	Nuance de l'acier	Proportion en austénite résiduelle, %
Carbonituration profonde suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C	27MnCr5	16
	27CrMo4	15
Carbonituration profonde suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C puis du passage par le froid ($T = -100^{\circ}\text{C}$)	27MnCr5	8
	27CrMo4	6

Le tableau 2.5 indique l'évolution de la proportion d'austénite résiduelle dans les couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurées lorsque la transformation martensitique n'est plus arrêtée à la température ambiante mais poursuivie jusqu'à -100°C . Le traitement par le froid à -100°C conduit à la diminution de moitié de la proportion d'austénite résiduelle dans les couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés.

*Identification des phases présentes dans les couches superficielles des aciers
27MnCr5 et 27CrMo4*

L'enrichissement en azote au cours de traitement de carbonituration profonde conduit à la précipitation en phase austénitique de nitrures de chrome de type CrN dans les couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4. L'opération de trempe à la fin du traitement thermochimique de carbonituration conduit à la transformation de la matrice austénitique en phase martensitique et à la formation des proportions d'austénite résiduelle. Les figures 2.14-2.15 présentent les clichés de diffraction des rayons X des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après traitement de carbonituration profonde suivi de la trempe dans la solution de polymère à la température de 25°C.

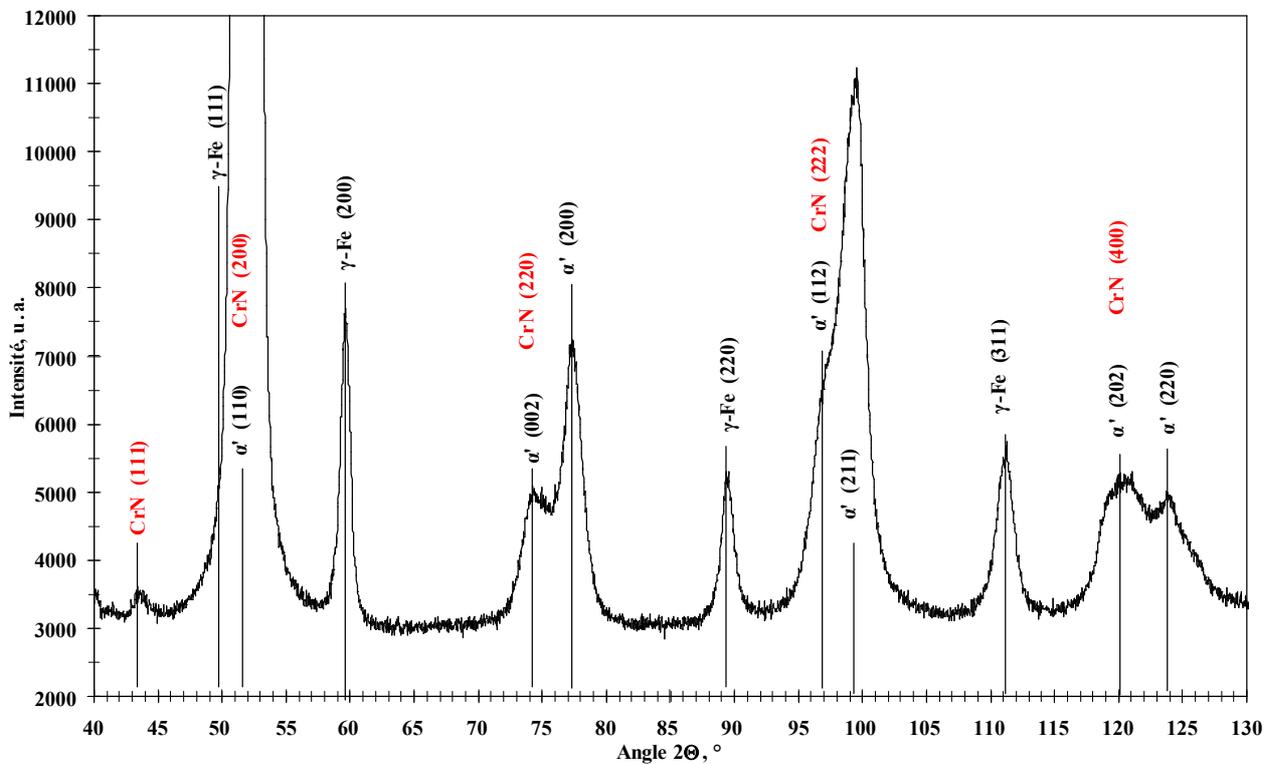


Figure 2.14. Cliché de diffraction des rayons X de l'acier 27MnCr5 après traitement de carbonituration profonde suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C (présence de la martensite, de l'austénite résiduelle, des nitrures de type CrN)

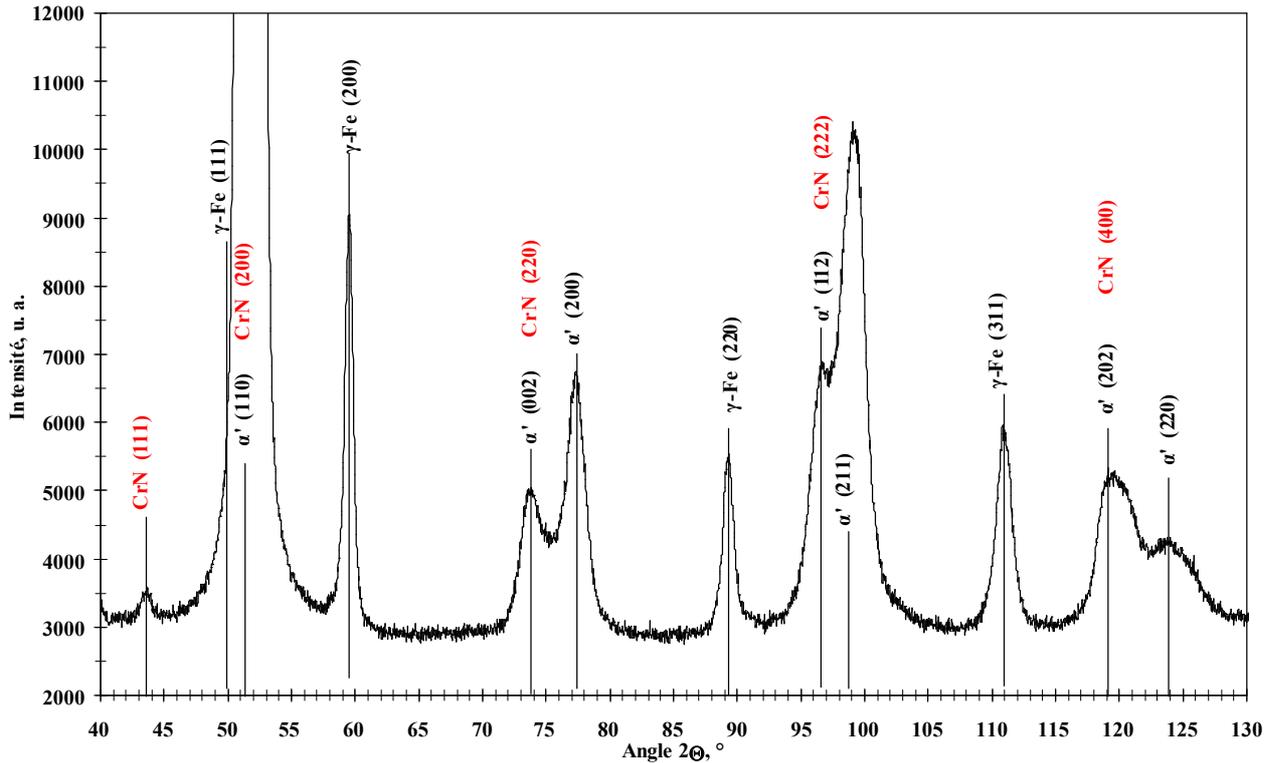


Figure 2.15. Cliché de diffraction des rayons X de l'acier 27CrMo4 après traitement de carbonituration profonde suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C (présence de la martensite, de l'austénite résiduelle, des nitrures de type CrN)

Durcissement des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4

La transformation martensitique de la matrice austénitique au cours de la trempe après l'enrichissement en carbone et en azote provoque le durcissement des couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4. La figure 2.16 représente les filiations de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après traitement de carbonituration profonde et le profil de microdureté obtenu par Y. Watanabe et al. [2.13] sur la nuance de l'acier 20Cr4 carbonitruré.

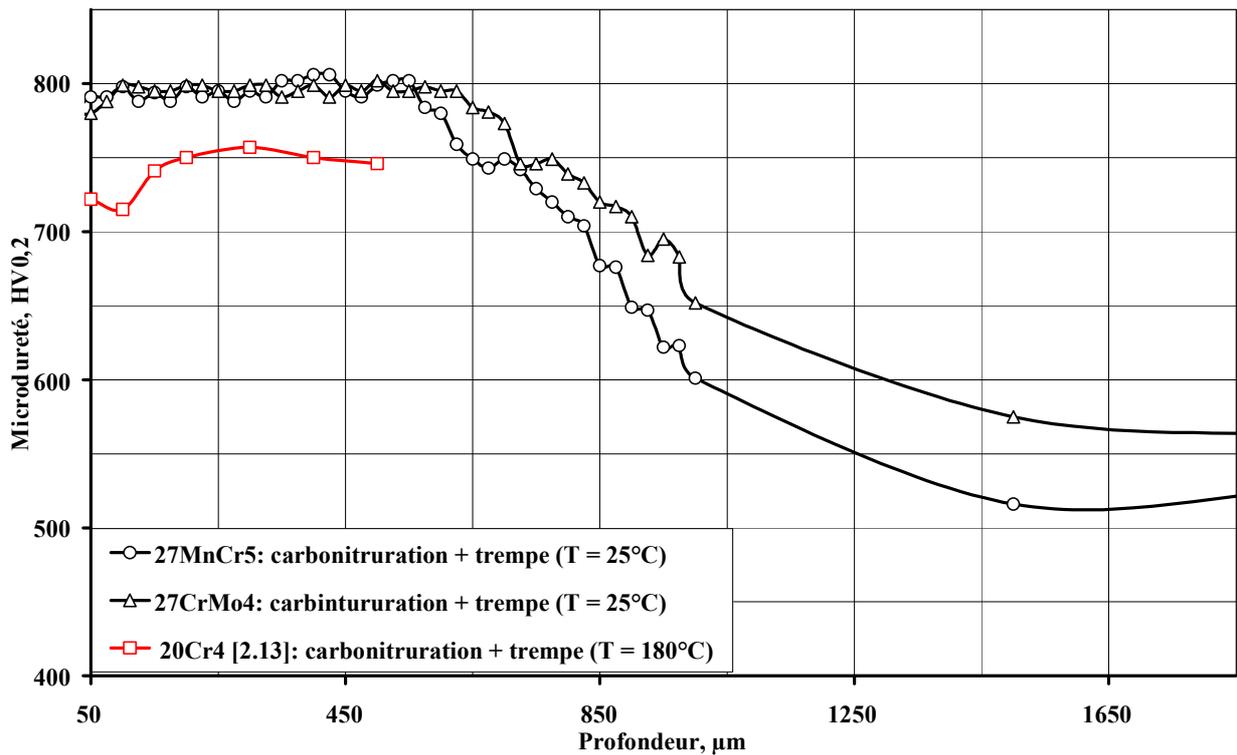


Figure 2.16. Profils de microdureté des aciers 27MnCr5, 27CrMo4 après traitement de carbonituration profonde et profil de microdureté de l'acier 20Cr4 obtenu par Y. Watanabe et al. [2.13]

Les profils de fraction massique de carbone et d'azote développés au cours du traitement de carbonituration profonde conduisent à un niveau important de microdureté des couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4, de l'ordre de 800HV_{0,2}, sur une profondeur de 600µm sous la surface. Au-delà de 600µm les profils de microdureté des deux aciers décroissent progressivement et rapidement jusqu'à cœur des pièces traitées.

Les valeurs de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 obtenues après le traitement de carbonituration profonde sont supérieures à celles de Y. Watanabe et al. [2.13], ce qui est lié à la différence des conditions de l'opération de trempe. La trempe des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 est effectuée dans la solution de polymère à la température ambiante ; la trempe de l'acier 20Cr4 Y. Watanabe et al. [2.13] se réalise dans un bain de sel à 180°C.

Le traitement par le froid à -100°C après le traitement de carbonituration profonde permet de poursuivre la transformation de l'austénite non transformée à la température ambiante, et donc d'améliorer le niveau de microdureté des matériaux. La trempe dans le

méthanol à -100°C réalisée après la carbonituration profonde engendre un durcissement plus important des couches carbonitrurées. La figure 2.17 présente les évolutions de microdureté dans les couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après la carbonituration profonde suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C et du passage par le froid à la température de -100°C .

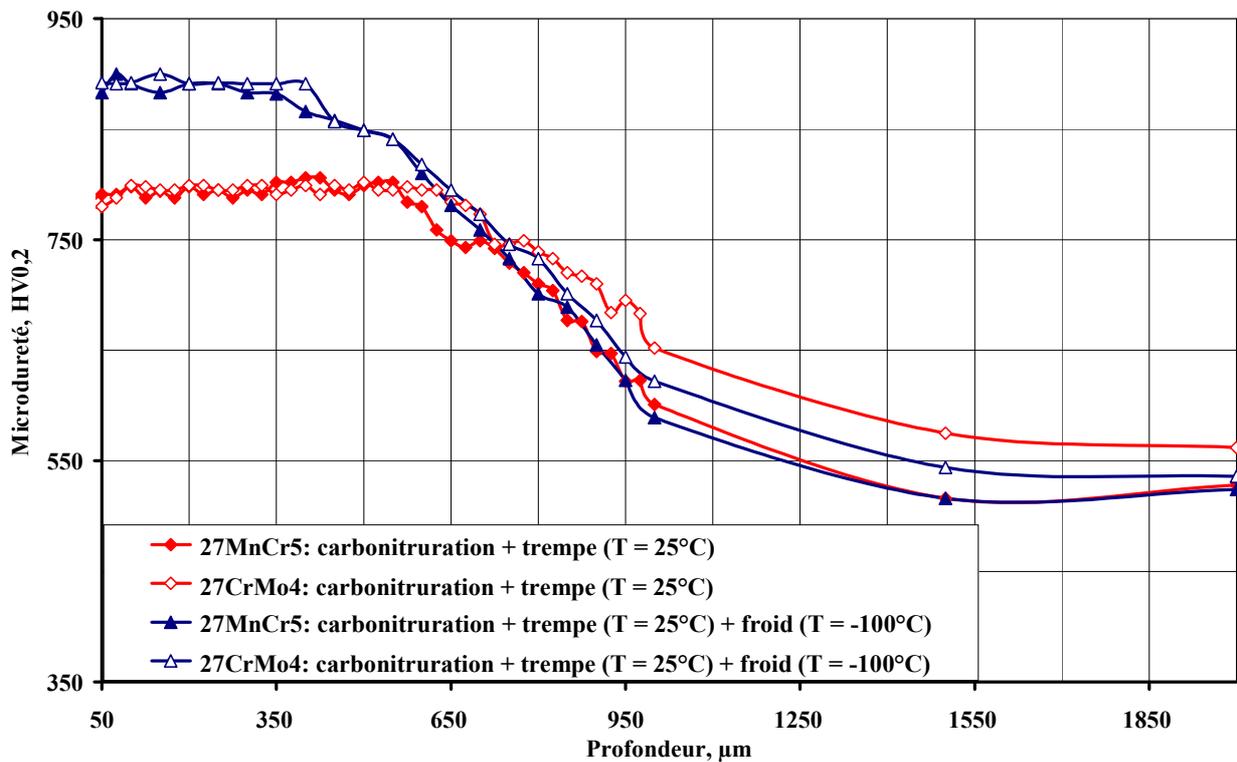


Figure 2.17. Comparaison entre les profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après la carbonituration profonde suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C et du passage par le froid à -100°C

Le niveau de microdureté des couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après le passage par le froid à -100°C est supérieur à celui obtenu après la trempe à la température ambiante ($800\text{HV}_{0,2}$) et il est de l'ordre de $900\text{HV}_{0,2}$ sur une profondeur $450\mu\text{m}$ sous la surface. Cette amélioration de microdureté est liée à la transformation de l'austénite résiduelle en martensite au cours du refroidissement du matériau au-dessous de la température ambiante.

2.3.3. Stabilité des couches carbonitrurées des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

Les résultats expérimentaux montrent, que les couches carbonitrurées des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 évoluent avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C (figures 2.18-2.19). Les figures 2.18-2.19 présentent la comparaison entre :

- les profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après le traitement de carbonituration profonde suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C et après le revenu sous azote à 300°C-3h et le profil de microdureté de l'acier 20Cr4 carbonitruré après le revenu à 300°C-3h obtenu par Y. Watanabe et al. [2.13] (figure 2.18);

- les profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après le traitement de carbonituration profonde suivi du passage par le froid à -100°C et après le revenu sous azote à 300°C-15h et le profil de microdureté de l'acier 20Cr4 carbonitruré après le revenu à 300°C-3h obtenu par Y. Watanabe et al. [2.13] (figure 2.19).

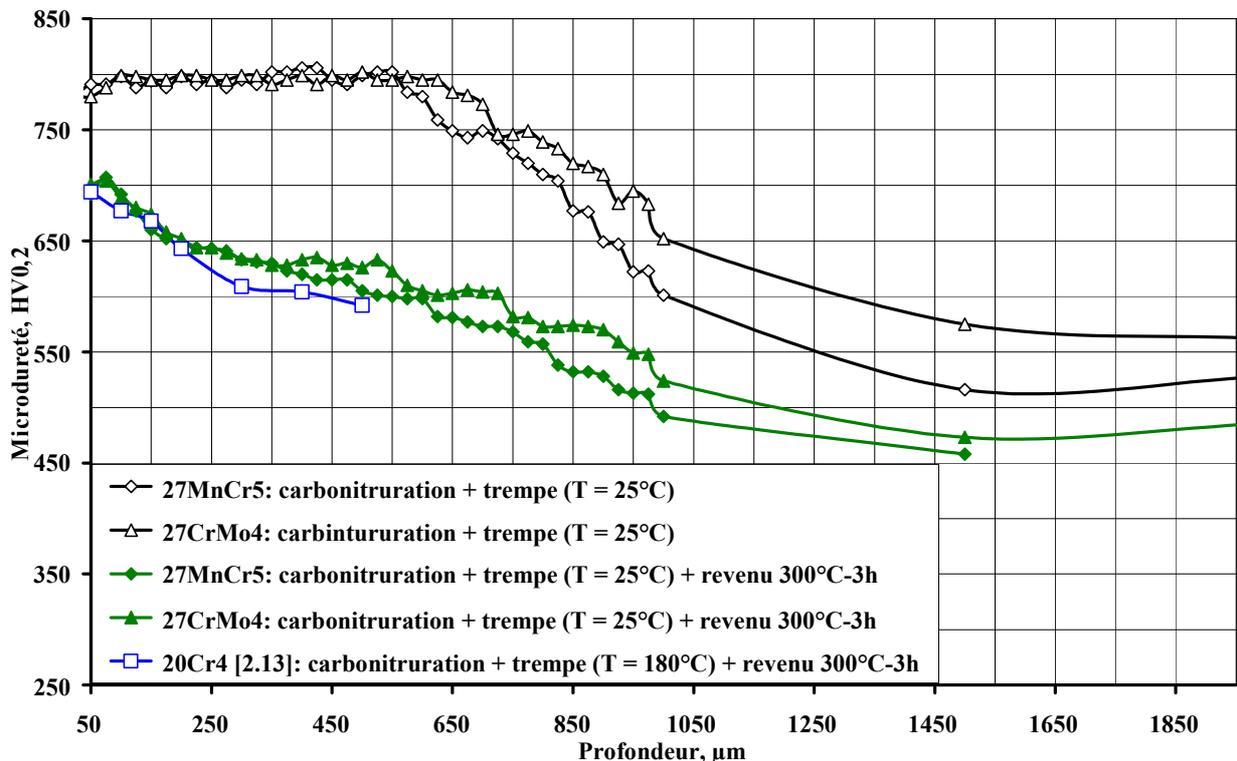


Figure 2.18. Profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après traitement de carbonituration profonde et après traitement de revenu sous azote à 300°C-3h et de l'acier 20Cr4 [2.13] carbonitruré après traitement de revenu à 300°C-3h

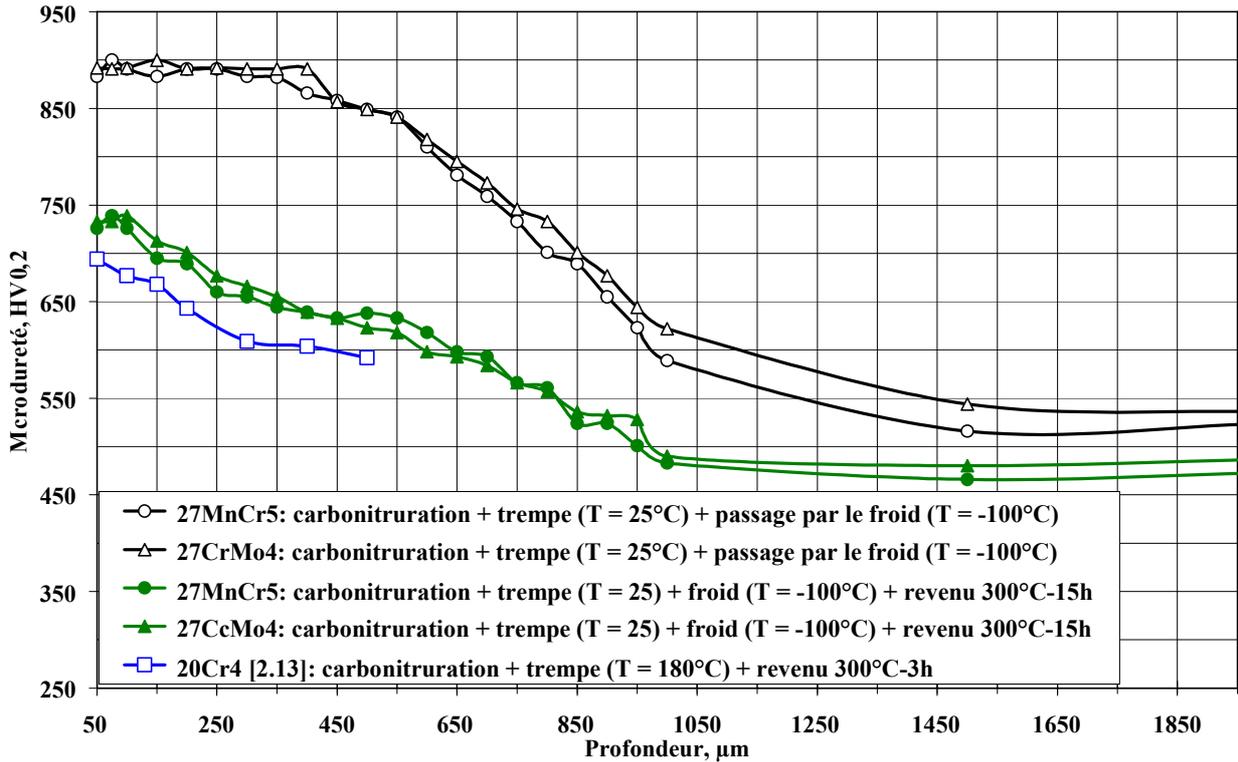


Figure 2.19. Profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après traitement de carbonituration profonde suivi du passage par le froid à -100°C et après traitement de revenu sous azote à 300°C-15h et de l'acier 20Cr4 [2.13] carbonitruré après le revenu à 300°C-3h

La microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurées subit une chute de l'ordre de 150HV_{0,2} avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C. La dureté des deux aciers décroît jusqu'au niveau des valeurs de la microdureté de l'acier 20Cr4 [2.13] carbonitruré après le traitement de revenu à 300°C-3h.

Le niveau de microdureté des deux aciers carbonitrurés ne varie plus avec l'augmentation de la durée de revenu à 300°C jusqu'à 100h (figures 2.20-2.21). Les figures 2.20-2.21 présentent les filiations de microdureté et les profils de fraction massique d'azote des aciers 27CrMo4 et 27MnCr5 après la carbonituration profonde suivi du passage par le froid à -100°C et du traitement de revenu sous azote à 300°C pendant 15, 50 et 100h.

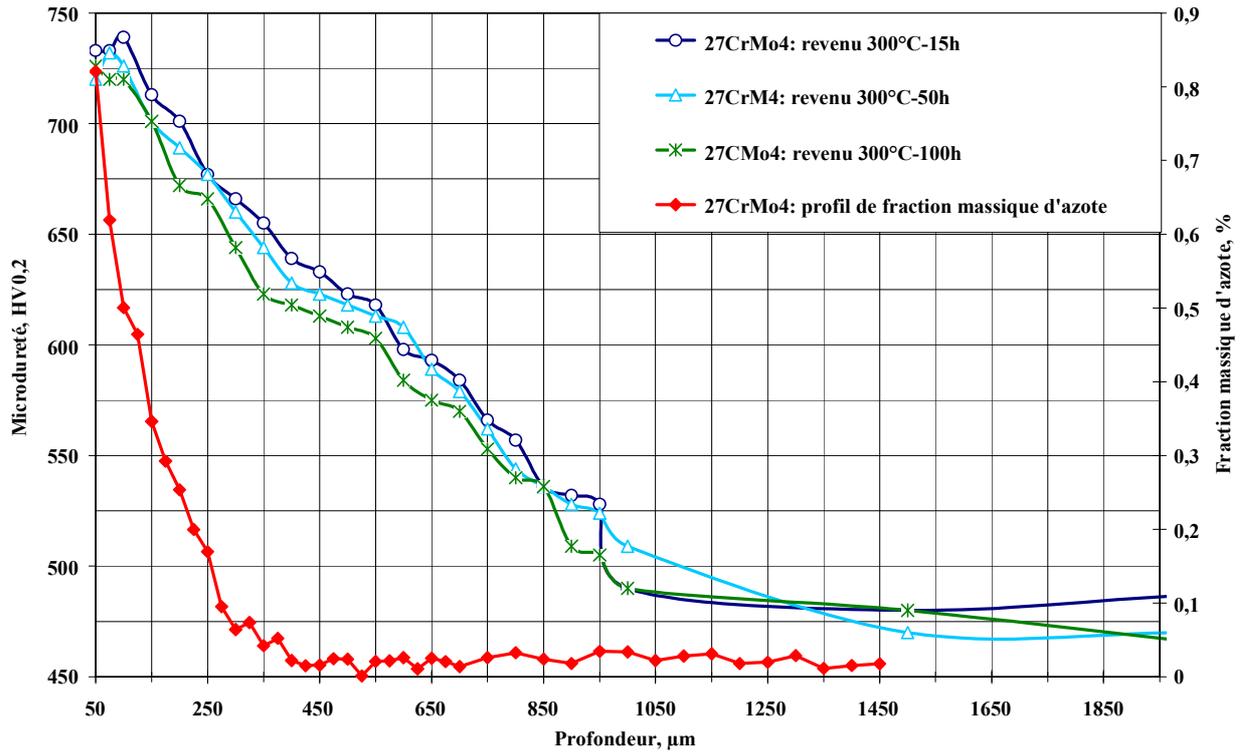


Figure 2.20. Profils de microdureté de l'acier 27CrMo4 et profil de fraction massique d'azote après traitement de carbonituration profonde suivi du passage par le froid à -100°C et du traitement de revenu sous azote à 300°C pendant 15, 50 et 100h

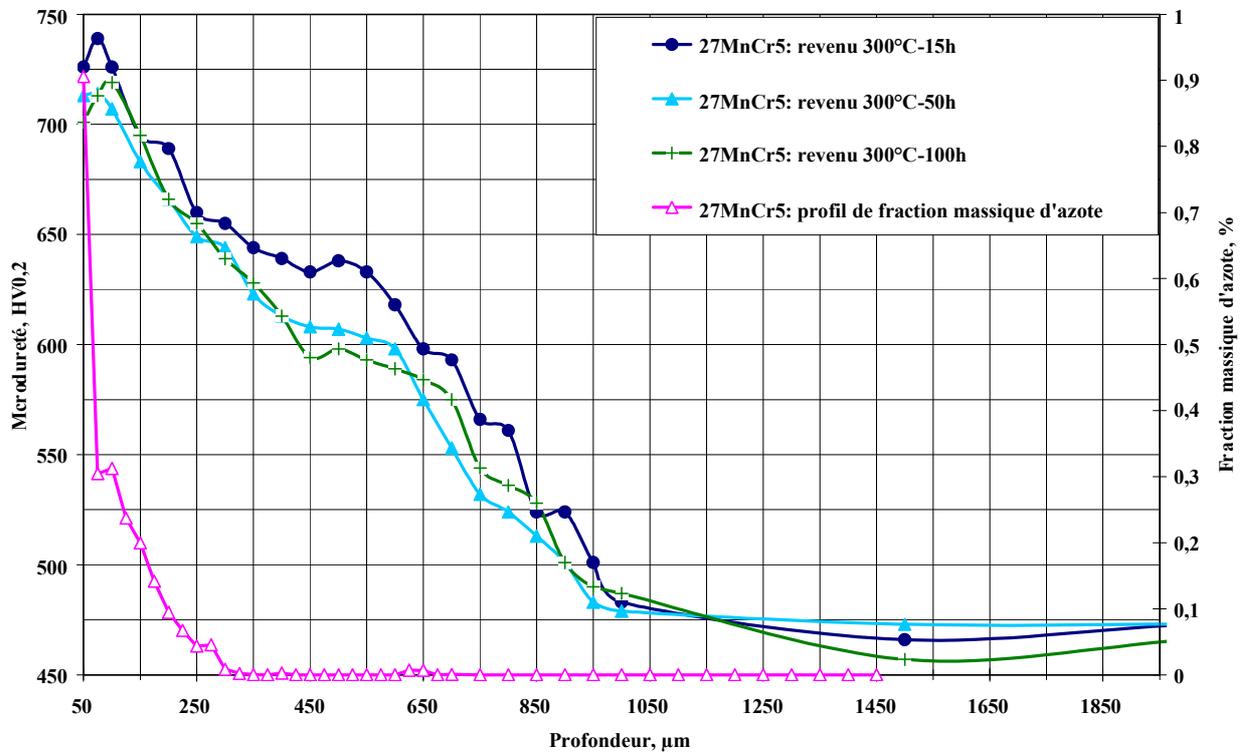


Figure 2.21. Profils de microdureté de l'acier 27MnCr5 et profil de fraction massique d'azote après traitement de carbonituration profonde suivi du passage par le froid à -100°C et du traitement de revenu sous azote à 300°C pendant 15, 50 et 100h

La microdureté des deux aciers après le traitement de revenu à 300°C reste élevé (de l'ordre de 650 à 725HV_{0,2}) jusqu'à une profondeur de 300µm sous la surface. Cette profondeur correspond au gradient de fraction massique d'azote dans les deux aciers après le traitement de carbonituration profonde. Au-delà de 300µm les profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés après le revenu à 300°C décroissent progressivement et rapidement jusqu'au cœur des pièces.

La microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après le traitement de carbonituration profonde suivi du traitement de revenu à 300°C ne reste pas stable contrairement à celle des couches nitrurées des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 après le revenu à 300°C. La figure 2.22 présente la comparaison entre les profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés et revenus sous azote à 300°C-100h et des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 après traitement de nitruration à 520°C-54h-Kn = 9 suivi du revenu à 300°C-336h.

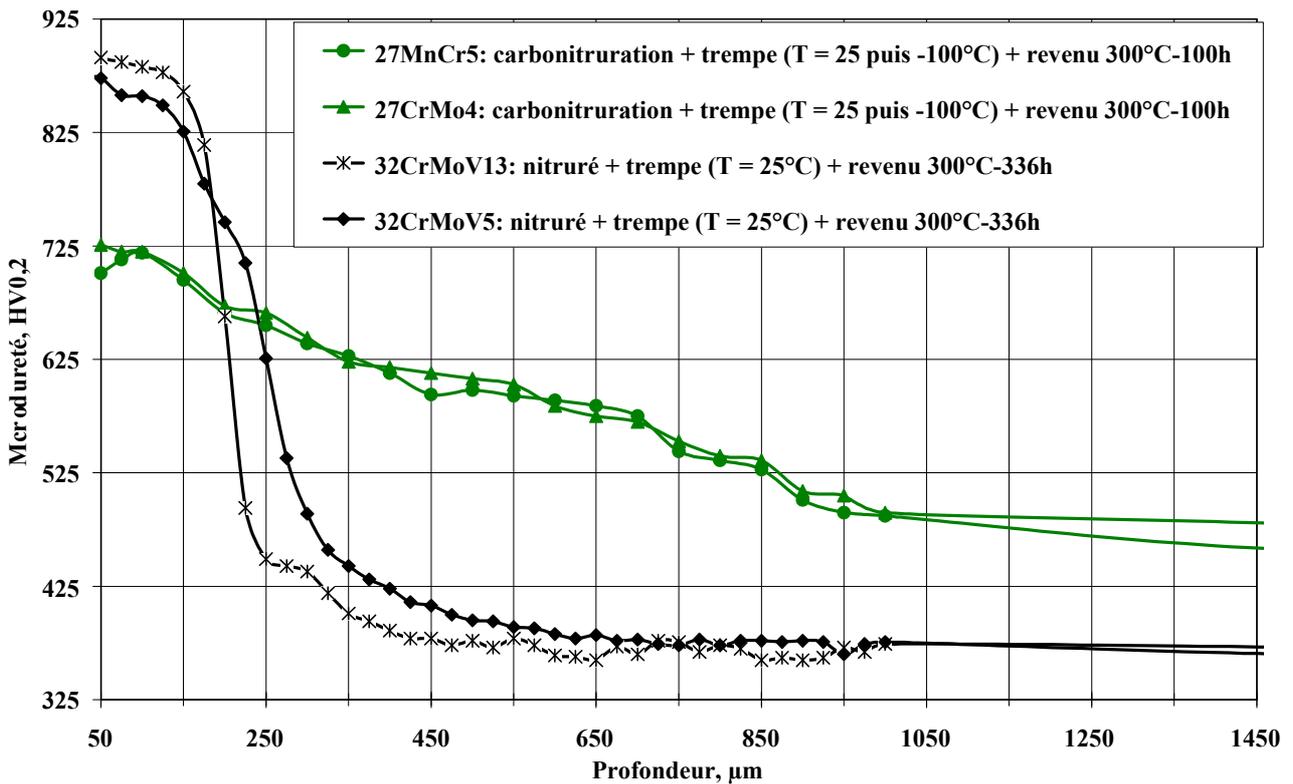


Figure 2.22. Profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après traitement de carbonituration profonde suivi du passage par le froid à -100°C et du revenu sous azote à 300°C-100h et des aciers 32CrMoV5 et 32CrMoV13 après traitement de nitruration suivi du revenu à 300°C-336h

L'évolution des propriétés des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après le traitement de carbonituration suivi du revenu à 300°C s'explique par les transformations structurales dans les pièces carbonitrurées avec l'augmentation de la température.

La microstructure martensitique obtenue dans les aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 au cours de la trempe après l'enrichissement en carbone et azote est métastable à la température ambiante. L'augmentation de la température jusqu'à 300°C provoque un retour de cette microstructure vers l'état d'équilibre. Le carbone quitte les sites qu'il occupe dans la maille quadratique de la phase martensitique. Le tableau 2.6 présente les valeurs de la distorsion c/a de la maille quadratique de la phase martensitique des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après traitement de carbonituration et après traitement de revenu à 300°C-15h.

Tableau 2.6. Valeurs de la distorsion c/a de la maille quadratique
de la phase martensitique des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4

Traitement	Nuance	Rapport c/a	
		Après le traitement de carbonituration	Après le traitement de carbonituration suivi de revenu à 300°C-15h
Carbonituration profonde suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C	27MnCr5	1,030	1,005
	27CrMo4	1,026	1,007
Carbonituration profonde suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C puis du passage par le froid (T = -100°C)	27MnCr5	1,028	1,006
	27CrMo4	1,032	1,006

Le traitement de revenu à 300°C provoque une diminution importante de la distorsion c/a de la maille quadratique de la phase martensitique des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4

carbonitrurés (tableau 2.6), ce qui est démontré par la diffraction des rayons X. La diminution de la distorsion c/a explique l'adoucissement des couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés après le revenu à 300°C.

L'augmentation de la température jusqu'à 300°C entraîne la décomposition d'austénite résiduelle, la formation de la cémentite Fe₃C et la précipitation des nitrures de fer de type γ' -Fe₄N dans les couches carbonitrurées des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4, ce qui est identifié par la diffraction des rayons X. Les figures 2.23-2.24 présentent les clichés de diffraction des rayons X des deux aciers après traitement de carbonituration profonde suivi du traitement de revenu à 300°C-100h.

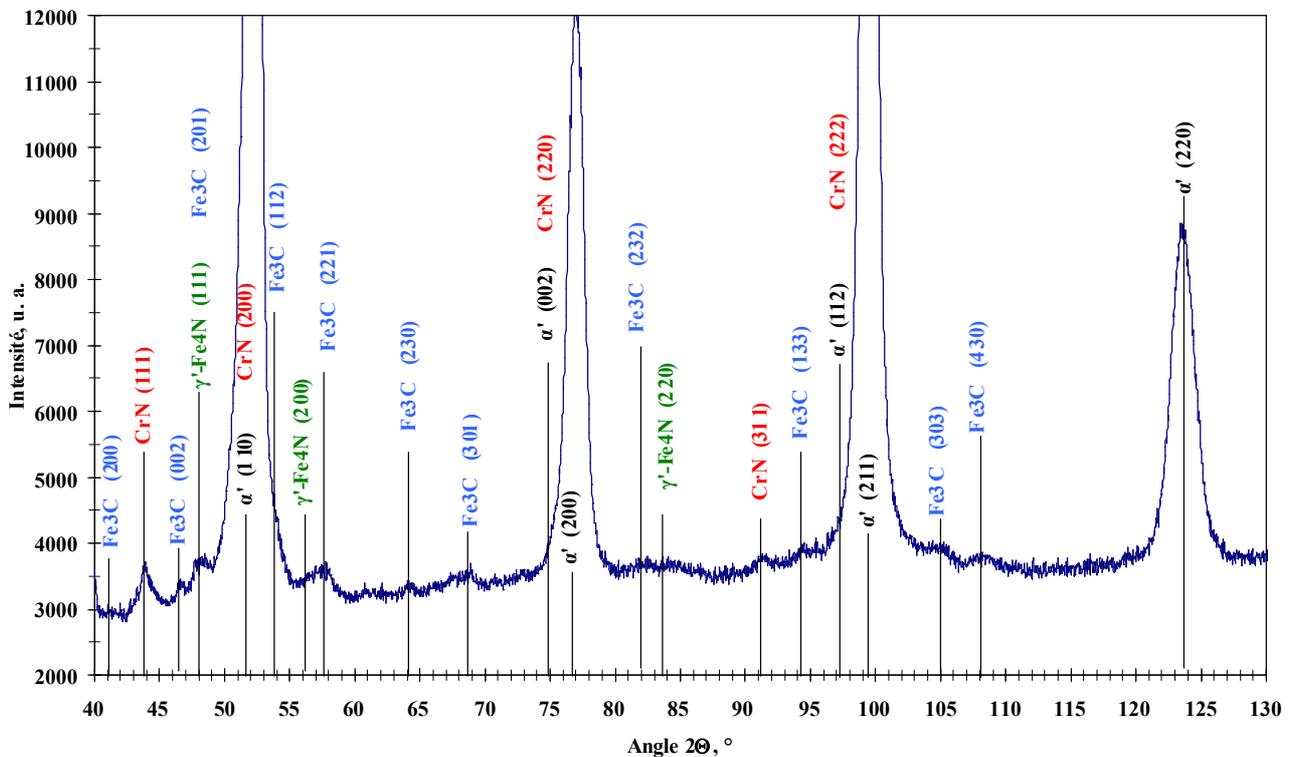


Figure 2.23. Cliché de diffraction des rayons X de l'acier 27MnCr5 après traitement de carbonituration profonde suivi du revenu à 300°C-100h (présence de la phase martensitique à bas carbone, de la cémentite, des nitrures de type CrN et γ' -Fe₄N)

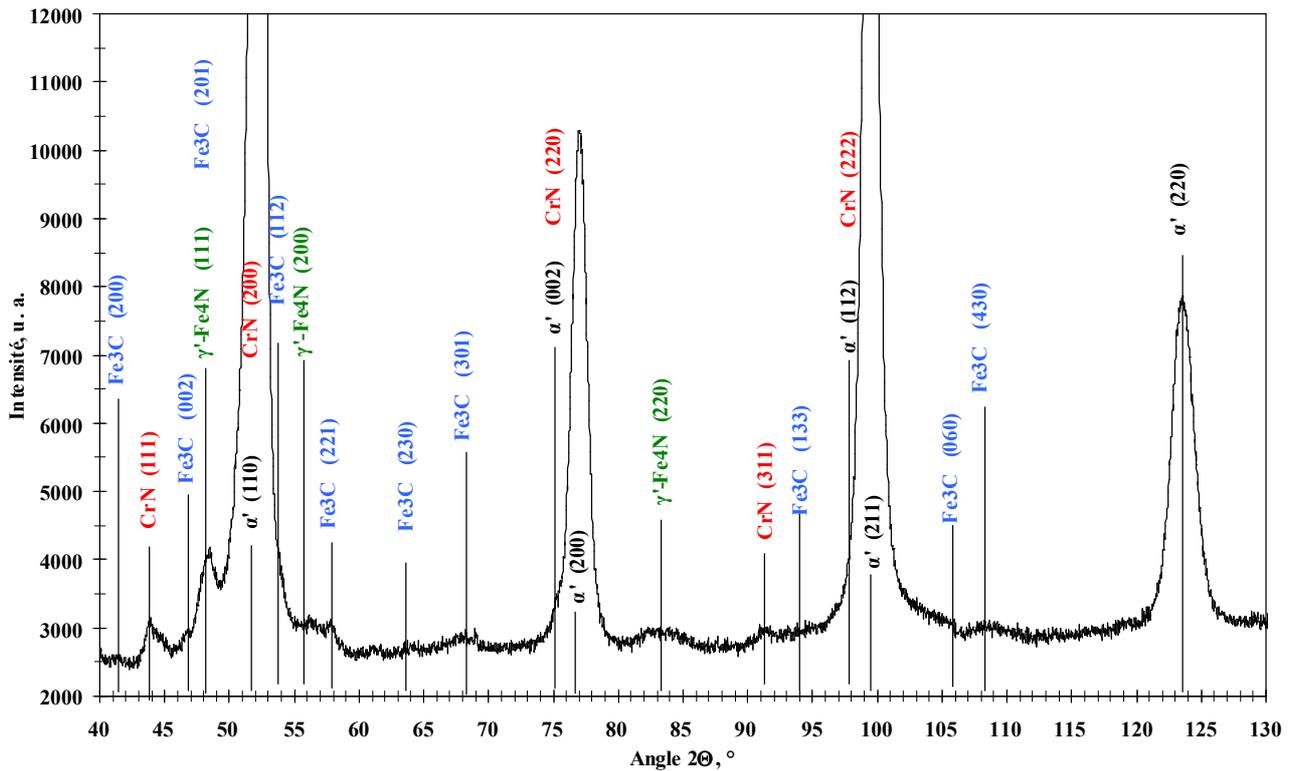


Figure 2.24. Cliché de diffraction des rayons X de l'acier 27CrMo4 après traitement de carbonituration profonde suivi du revenu à 300°C-100h (présence de la phase martensitique à bas carbone, de la cémentite, des nitrures de type CrN et γ' -Fe₄N)

La diffraction des rayons X identifie la présence des nitrures de chrome de type CrN dans les couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés, qui sont précipités pendant l'enrichissement en phase austénitique. Leur capacité de durcissement est faible à haute température et le chrome n'est donc plus disponible pour la précipitation des nitrures CrN nanométriques dans les aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 au cours du revenu à 300°C.

La formation des nitrures de fer de type γ' -Fe₄N après le traitement de revenu à 300°C ne compense pas l'adoucissement des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C, provoqué par la diminution de la distorsion c/a de la maille quadratique de la phase martensitique, la décomposition d'austénite résiduelle et la formation de la cémentite Fe₃C. En conclusion, nous n'avons pas de confirmation du durcissement par la précipitation des nitrures de fer de type γ' -Fe₄N dans les couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés au cours du revenu à 300°C démontré par Y. Watanabe et al. [2.13].

► **En résumé**, le procédé de carbonituration, mis au point, permet de développer les couches carbonitrurées avec une fraction massique d'azote en surface plus importante (de l'ordre de 0,95%) par rapport au traitement de carbonituration conventionnelle (de l'ordre de 0,1-0,3%) dans les aciers faiblement alliés 27MnCr5 et 27CrMo4. Le durcissement par transformation martensitique de la matrice austénitique au cours de la trempe après l'enrichissement en carbone et en azote conduit à un niveau de microdureté de l'ordre de 800-900HV_{0,2} dans les couches superficielles des deux aciers. Les résultats expérimentaux montrent, que les couches carbonitrurées des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 évoluent avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C. La microdureté des deux aciers carbonitrurés subit une chute de 150HV_{0,2} avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C pour atteindre les valeurs de l'ordre de 650 à 725HV_{0,2} sur une profondeur de 300µm, qui correspond au gradient de fraction massique d'azote dans les deux aciers après le traitement de carbonituration. Au-delà de 300µm la microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés après le revenu à 300°C décroît rapidement jusqu'au cœur des pièces. La décomposition de la martensite et de l'austénite résiduelle dans les couches superficielles des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés à 300°C s'accompagne de la précipitation des nitrures de fer de type γ' -Fe₄N, dont le faible effet durcissant ne compense pas l'adoucissement de la martensite. Les nitrures de chrome de type CrN, précipités pendant l'enrichissement en phase austénitique, n'ont pas d'effet durcissant et le chrome n'est donc plus disponible pour la précipitation des nitrures CrN nanométriques dans les aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés au cours du revenu à 300°C.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 2

[2.1] – J-N. Locquet, Caractérisations métallurgiques et mécaniques de couches nitrurées. Relation microstructure – comportement, thèse de l'ENSAM, Aix-en-Provence, 1998

[2.2] – M. Sennour, C. Jacq, C. Esnouf, Mechanical and microstructural investigations of nitrided Fe-Cr layers, Journal of materials science, vol. 39, 2004, pp. 4533-4541

[2.3] – M. E. Djeghlal, N. Hamedi, L. Barrallier, Caractérisations métallurgiques et mécaniques de couches nitrurées. Relation microstructure – comportement, Journal de Physique IV, vol. 11, 2001, pp. 141-145

[2.4] - J. Dulcy, M. Gantois, Progrès dans la connaissance des mécanismes de transfert appliqués aux traitements thermo-chimique. Critères de choix d'un traitement thermo-chimique, Partie 1, Traitement thermique, vol. 360, janvier – février 2005, pp. 25-31

[2.5] – J. Dulcy, M. Gantois, Progrès dans la connaissance des mécanismes de transfert appliqués aux traitements thermo-chimique. Critères de choix d'un traitement thermo-chimique, Partie 2, Traitement thermique, vol. 366, janvier 2006, pp. 31-45

[2.6] – C. Ginter, Influence des éléments d'alliage sur les mécanismes de nano-précipitation et sur les mécanismes de durcissement d'alliages modèles (Fe-Cr et Fe-Cr-C) et d'aciers industriels nitrurés, thèse de l'INPL, Nancy, 2006

[2.7] – C. Ginter, L. Torchane, J. Dulcy, M. Gantois, A. Malchère, C. Esnouf, T. Turpin, A new approach to hardening mechanisms in the diffusion layer of gas nitrided α – alloyed steels – effects of chromium and aluminium: experimental and simulation study, Proceeding, 2nde Conférence internationale, IFHTSE, 20-22 juin 2005, Riva del Garda, Italy

[2.8] – V. A. Philips, A. U. Seybolt, A transmission electron microscopic study of some ion-nitrided binary iron alloys and steels, Transactions of the metallurgical society of AIME, vol. 242, december 1968, pp. 2415-2422

[2.9] – B. Mortimer, P. Grieveson, K. H. Jack, Precipitation of nitrides in ferritic iron alloys containing chromium, Scandinavian journal of metallurgy, vol. 1, 1972, pp. 203-209

[2.10] – E. J. Mittemeijer, Nitriding response of chromium-alloyed steels, Journal of metals, September 1985, pp. 16-20

[2.11] - J. Barralis, L. Castex, G. Maeder, Précontraintes et traitements superficiels, Techniques de l'ingénieur, article M1180, vol. MD, décembre 1999

[2.12] - D. Couratin, Caractérisation de différents traitements thermo-chimiques. Effets sur la fatigue de surface de pièces automobiles, Galvano-organo-traitements de surface, vol.64, 1995, pp.665-670

[2.13] - Y. Watanabe, N. Narita, S. Umegaki, Rolling contact fatigue strength of carbo-nitrided and shot-peened chromium alloy steel, Proceedings of the 18th Conference, Rosemont, 12-15 octobre 1998

[2.14] – J. Dulcy, Traitement thermochimique de surface. Cémentation en phase gazeuse, Ecole des Mines de Nancy, 1^{er} semestre 2002-2003

[2.15] - M-S. Yahia, Contribution à l'étude de l'influence de l'azote dans les traitements thermochimiques de surface des aciers en phase austénitique, thèse de l'INPL, Nancy, 1995

[2.16] – G. Murry, L'austénite résiduelle. Quelques rappels, Traitement thermique, vol. 349, août - septembre 2005

[2.17] – J. Parrish, L'austénite résiduelle : nouveau regard sur un vieux débat, Traitement thermique, vol. 284, 1995, pp. 31-34

CHAPITRE 3

3. Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

3.1. Introduction

L'étude bibliographique effectuée dans le premier chapitre de ce mémoire a indiqué que le traitement thermochimique de carbonituration ou de cémentation conventionnelle des aciers faiblement alliés ne permet pas d'apporter la solution au problème posé dans ce travail, puisque les propriétés de ces aciers évoluent avec l'augmentation de la température. En effet, le durcissement et la génération des contraintes résiduelles de compression au cours d'un traitement de carbonituration ou de cémentation conventionnelle se produisent par une transformation martensitique. La martensite formée n'est pas stable à 300°C, ce qui conduit à l'adoucissement et à la relaxation des contraintes résiduelles du matériau.

Dans ces conditions, une autre solution peut être envisagée. Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement thermochimique de cémentation peut répondre aux objectifs de cette étude à la condition de les réaliser sur un acier contenant un élément d'alliage permettant de stabiliser la phase martensitique et d'éviter sa décomposition totale avant 300°C. L'étude bibliographique montre [3.1-3.8], que l'élément pouvant stabiliser la phase martensitique, est le silicium.

De ce fait, le troisième chapitre présente l'étude de la stabilité du durcissement et de la mise en contraintes de compression par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement thermochimique de cémentation d'une nuance d'acier contenant du silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C.

3.1.1. Influence du silicium sur la stabilité de la phase martensitique au revenu

La structure martensitique obtenue dans un acier au cours de la trempe est métastable à la température ambiante et l'augmentation de la température provoque un retour plus ou moins important vers l'état d'équilibre. A. G. Allten et P. Payson [3.2] ont étudié l'influence du pourcentage du silicium de 0,38 à 1,53% sur l'adoucissement de l'acier contenant 0,6%C avec l'augmentation de la température de 95 à 315°C. Ils montrent, que le silicium décale vers les valeurs plus grandes la température du début du troisième stade de revenu (formation de la cémentite) et freine l'adoucissement de l'acier à 0,6%C (tableau 3.1).

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

Tableau 3.1. Influence du pourcentage du silicium sur l'adoucissement de l'acier à 0,6%C avec l'augmentation de la température de 95 à 315°C [3.2]

Si, %	Dureté, HRC ₁₅₀					
	T _{ambiante}	95°C	150°C	205°C	260°C	315°C
0,38	65	65	62	58	56	53
0,87	65	65	62	60	58	57
1,53	65	65	62	60	59	58

R. Bensimon [3.3] constate, que le silicium augmente la stabilité au revenu de la martensite tétragonale et diminue la tendance des carbures à se sphéroïdiser.

A. S. Kenneford et T. Williams [3.4] ont étudié l'influence du pourcentage du silicium dans l'acier avec 0,35%C sur la décomposition de la martensite au cours de revenu. Ils constatent, que le silicium n'influence pas la température de début du premier stade de revenu. En revanche, le silicium, à partir de 0,5%, retarde le début du troisième stade de revenu d'environ 40°C. Le début du troisième stade de revenu de l'acier contenant 1% et 2% de Si est retardé de 100°C et de 120°C respectivement (tableau 3.2).

Tableau 3.2. Influence du pourcentage du silicium sur la température du 1^{er} et du 3^{ème} stade de revenu de l'acier contenant 0,35%C [3.4]

Si, %	Température, °C	
	1 ^{er} stade	3 ^{ème} stade
0,2	103-132	233-403
0,5	103-163	270-432
1	104-178	330-459
2	104-177	356-480

M. S. Bhat, W. M. Garrison et V. F. Zackay [3.5] ont étudié l'influence du pourcentage du silicium sur l'adoucissement de l'acier 0,35%C-1%Cr-3%Ni-2%Mo-0,5%Mn avec l'augmentation de la température de 200 à 600°C. Les auteurs concluent que la dureté de l'acier de base sans le silicium décroît continûment avec l'augmentation de la température jusqu'à 400°C. L'adoucissement est retardé par addition de 1% de silicium et complètement éliminé par addition de 2% de silicium (figure 3.1).

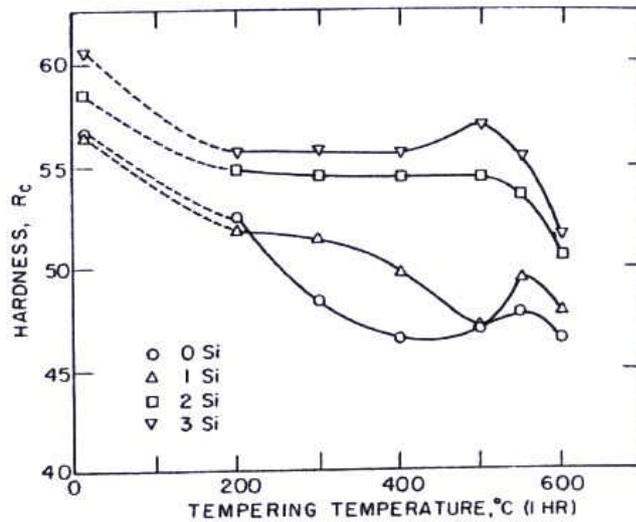


Figure 3.1. Influence du pourcentage du silicium sur l'adoucissement de l'acier 0,35%C-1%Cr-3%Ni-2%Mo-0,5%Mn avec l'augmentation de la température [3.5]

Pour expliquer l'influence du silicium sur l'adoucissement de la structure martensitique avec l'augmentation de la température, M. S. Bhat, W. M. Garrison et V. F. Zackay [3.5] font la référence au modèle de W. S. Owen [3.6]. W. S. Owen [3.6] constate, que le silicium élargit le domaine de stabilité du carbure ϵ , retarde la précipitation de Fe_3C et, par conséquent, l'adoucissement concomitant. Ce rôle du silicium est attribué par S. W. Owen [3.6] au fait qu'il est insoluble dans la cémentite ; lors de la formation de celle-ci, le rejet du silicium va engendrer un enrichissement au voisinage du carbure, enrichissement qui provoque une augmentation de l'activité du carbone et diminue donc la diffusion de cet élément vers le carbure et ralentit la croissance de ce dernier.

C. J. Altstetter, M. Cohen et B. L. Averbach indiquent [3.7], que le silicium dans l'acier 0,39%C-0,7%Mn-1,8%Ni-0,7%Cr-0,25%Mo élargit le domaine de stabilité du carbure ϵ , retarde la décomposition de l'austénite résiduelle et la précipitation de la cémentite. Ils observent le début de la précipitation de la cémentite à 270°C dans l'acier avec 0,26%Si, à 370°C dans l'acier avec 1,6%Si et à 455°C dans l'acier avec 3,2%Si. Les auteurs montrent, que 1,6% du silicium freine l'adoucissement d'acier 0,39%C-0,7%Mn-1,8%Ni-0,7%Cr-0,25%Mo avec l'augmentation de la température jusqu'à 370°C.

J. Gordine et I. Codd [3.8] montrent, que la présence de 1,5% du silicium augmente la résistance à l'adoucissement de l'acier 0,6%C-0,75%Mn-0,75%Cr avec l'augmentation de la température jusqu'à 400°C. Après le revenu à 300°C-1h la dureté d'acier avec 1,5%Si est de l'ordre de 720HV₁₀ contre 550HV₁₀ d'acier avec 0,3%Si. Cette résistance à l'adoucissement est due, selon J. Gordine et I. Codd [3.8], à la stabilisation du carbure ϵ

dans la microstructure de l'acier par le silicium jusqu'à des températures proches de 400°C. Les auteurs montrent, que le carbure ϵ contient du silicium à toutes les températures de revenu jusqu'à 400°C. Ils supposent, que le silicium diminue les paramètres de maille et réduit, donc, le volume atomique de carbure ϵ , par conséquent, selon les auteurs, le carbure ϵ contenant le silicium devient plus stable, ce qui permet de retarder l'adoucissement de l'acier [3.8].

3.2. Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation de l'acier 15NiMoCr10 allié au silicium

3.2.1. Introduction

L'analyse bibliographique a montré, que le silicium peut stabiliser la phase martensitique et éviter sa décomposition totale avant 300°C. Nous avons décidé d'explorer cet effet et nous nous sommes intéressés aux aciers contenant 1% de silicium. La société Aubert&Duval propose un acier du type FNDW (15NiMoCr10), contenant du silicium, qu'elle a accepté de mettre à notre disposition. C'est une nuance d'acier récente et très peu étudiée, qui est utilisée dans le domaine des automobiles de la Formule 1. La composition chimique de l'acier du type FNDW (15NiMoCr10) est présentée dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3. Composition chimique de l'acier FNDW (15NiMoCr10)

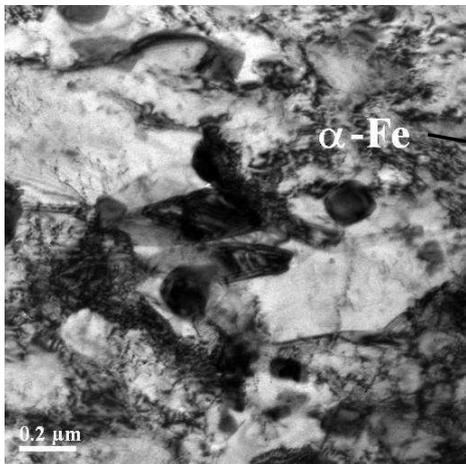
Acier	C, %	Si, %	Ni, %	Mo, %	Cr, %	Mn, %	V, %
FNDW (15NiMoCr10)	0,15	1,19	2,5	1,98	0,99	0,44	0,29

Nous avons étudié dans ce chapitre la stabilité du durcissement et de la mise en contraintes de compression par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement thermochimique de cémentation de l'acier 15NiMoCr10 allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C.

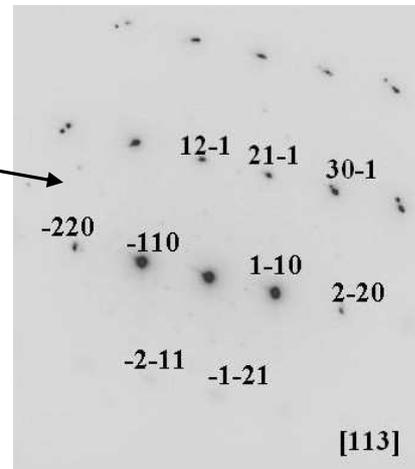
Identification des phases présentes dans l'acier 15NiMoCr10 non traité

Les phases présentes dans l'acier 15NiMoCr10 non traité, fournis par la société Aubert&Duval, sont identifiées par la diffraction des rayons X et au microscope électronique à transmission. La microstructure de l'acier 15NiMoCr10 observée au microscope électronique à transmission est caractérisée par une structure de ferrite, dont une

vue et un diagramme de diffraction des électrons sont présentés sur les photographies 3.1-3.2.



Photographie 3.1. Microstructure de l'acier 15NiMoCr10 (présence de la ferrite et des précipités globulaires); champ clair x11500



Photographie 3.2. Cliché de diffraction des électrons de la ferrite de l'acier 15NiMoCr10 obtenu suivant l'axe de zone [113]

Sur la photographie 3.1 de la microstructure de l'acier 15NiMoCr10 des précipités globulaires de dimensions assez importantes (200-600nm) sont présents, répartis de façon homogène. L'analyse EDX (le détecteur de rayons X à dispersion d'énergie) effectuée, montre la présence du fer, du molybdène et du carbone dans les précipités globulaires (figure 3.2).

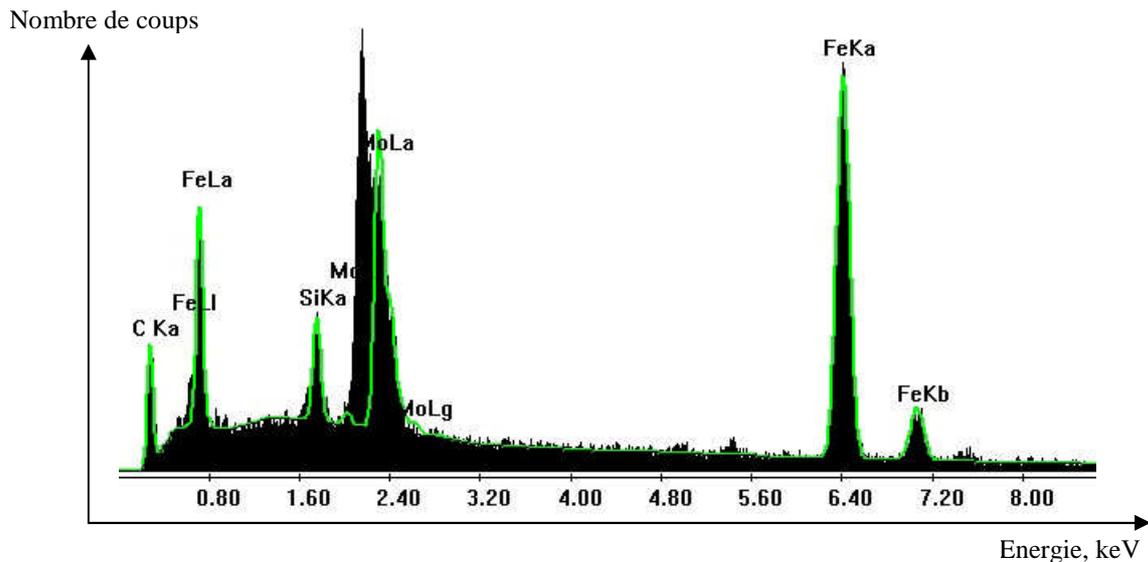
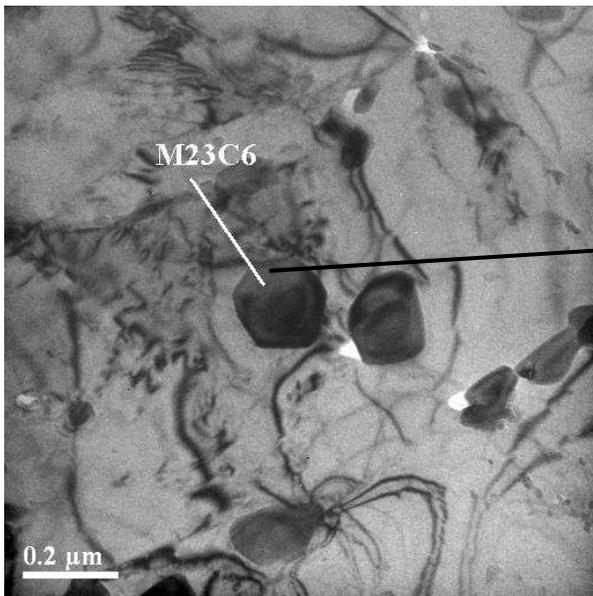
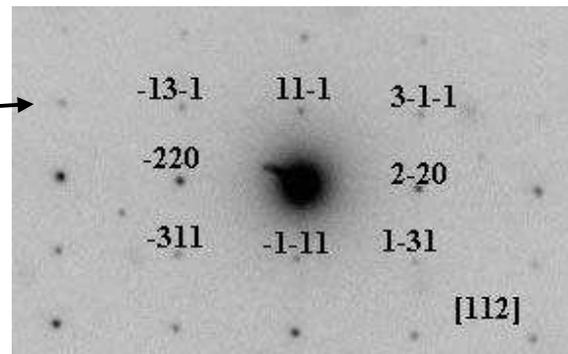


Figure 3.2. Spectre de l'analyse EDX réalisé sur les précipités globulaires de l'acier 15NiMoCr10 (présence du fer, du molybdène et du carbone dans les précipités globulaires)

Le dépouillement du diagramme de diffraction (photographie 3.4) d'un précipité globulaire (photographie 3.3) présent dans l'acier 15NiMoCr10 montre, qu'il s'agit du carbure de type $M_{23}C_6$ (où $M = Fe, Mo$) qui a une structure cubique à faces centrée (groupe cristallographique $Fm3m$; paramètre de maille $a = 1,063nm$ [3.9]).



Photographie 3.3. Microstructure de l'acier 15NiMoCr10 (*carbure de type $M_{23}C_6$ (où $M = Fe, Mo$)*) ; champ clair x15000



Photographie 3.4. Cliché de diffraction des électrons du **carbure de type $(Fe, Mo)_{23}C_6$** de l'acier 15NiMoCr10 obtenu suivant l'axe de zone [112]

La diffraction des rayons X montre (figure 3.3) la présence de la ferrite et des carbures de type M_6C (où $M = Fe, Mo$) ayant une structure cubique à faces centrées (groupe cristallographique $Fd3m$; paramètre de maille = 1,111nm [3.9]) dans l'acier 15NiMoCr10.

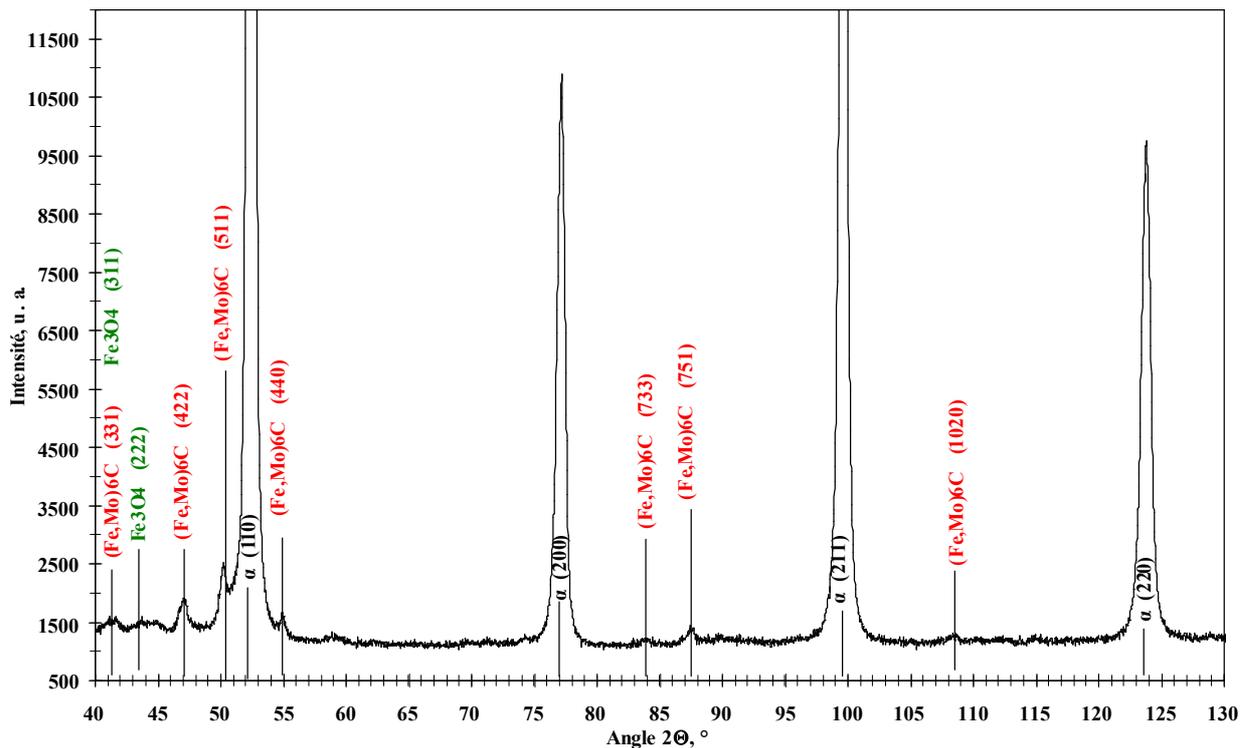


Figure 3.3. Cliché de diffraction des rayons X de l'acier 15NiMoCr10 (présence de la ferrite et des carbures de type M_6C (où $M = Fe, Mo$))

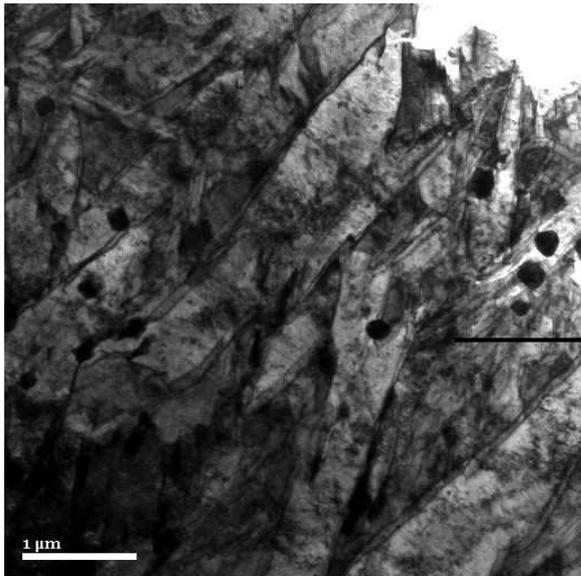
Les observations de la structure de l'acier 15NiMoCr10 au microscope électronique à transmission et par la diffraction des rayons X ont été comparées aux résultats obtenus par le logiciel Thermocalc. Les calculs avec ce logiciel permettent de déterminer la nature des précipités qui vont se former dans la structure. Pour l'acier 15NiMoCr10 les calculs sont faits à 400 et 200°C. Dans cette plage de température les calculs indiquent la présence de carbures de type M_6C et $M_{23}C_6$. Ces résultats sont en accord avec les observations expérimentales de l'acier 15NiMoCr10 non traité faites au microscope électronique à transmission et par la diffraction des rayons X.

Les analyses expérimentales montrent, que la structure de l'acier 15NiMoCr10 non traité, est constituée de la ferrite et de carbures de type M_6C et $M_{23}C_6$ (où $M = Fe, Mo$).

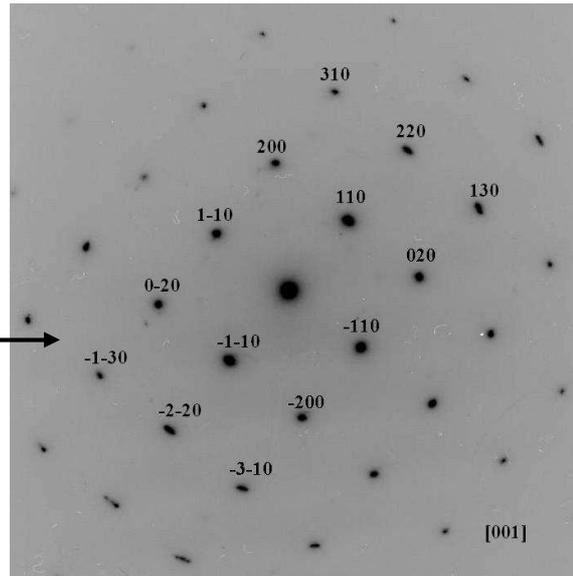
Identification des phases présentes dans l'acier 15NiMoCr10 après la trempe de type martensitique

L'acier 15NiMoCr10 se transforme après le traitement de trempe en martensite, qui a une morphologie en lattes (photographies 3.5-3.6, 3.8). Les lattes de la phase martensitique contiennent une forte densité de dislocations (photographie 3.7).

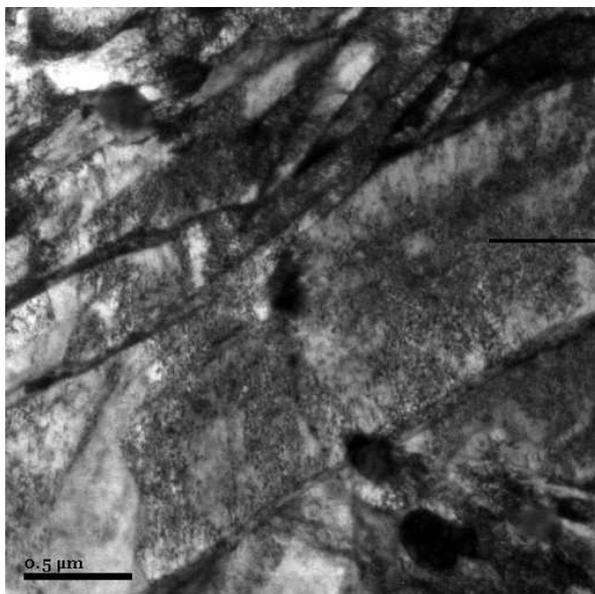
Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C



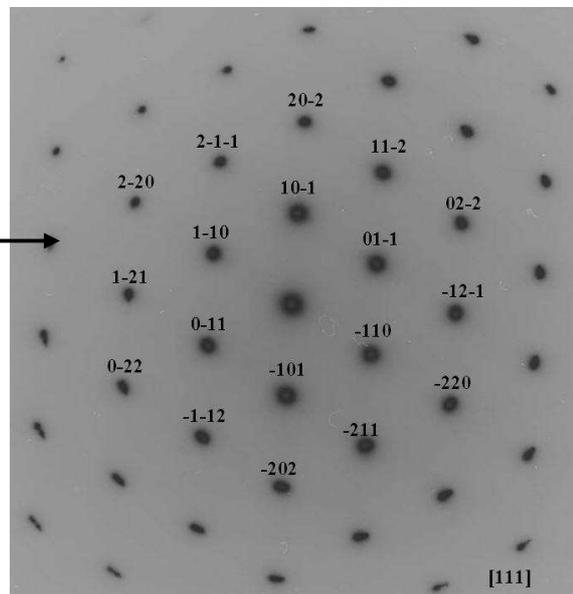
Photographie 3.5. Microstructure de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de trempe à 25°C (*phase martensitique en lattes*) ; champ clair x3800



Photographie 3.6. Cliché de diffraction des électrons de la **phase martensitique** de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de trempe à 25°C obtenu suivant l'axe de zone [001]

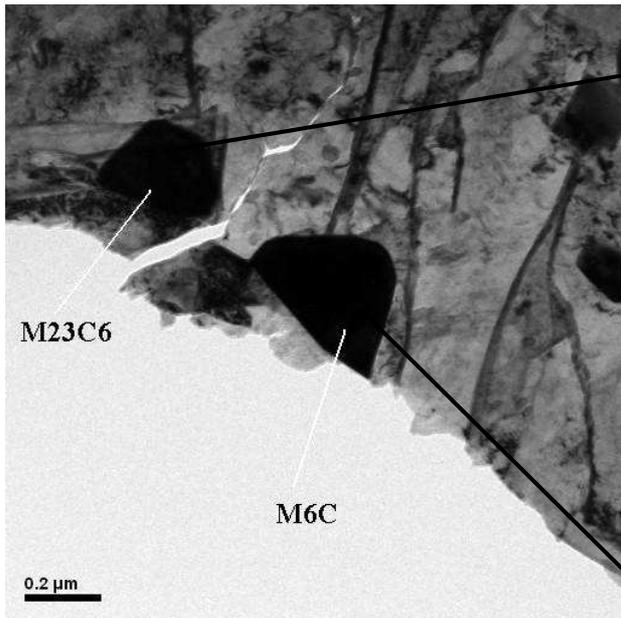


Photographie 3.7. Microstructure de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de trempe à 25°C (*dislocations dans les lattes de la phase martensitique*) ; champ clair X6600

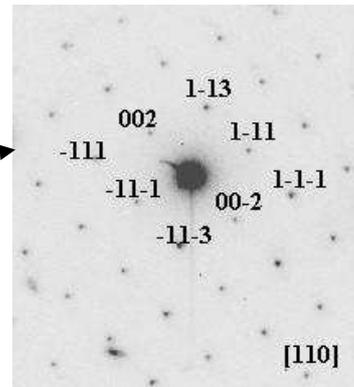


Photographie 3.8. Cliché de diffraction des électrons de la **phase martensitique** de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de trempe à 25°C obtenu suivant l'axe de zone [111]

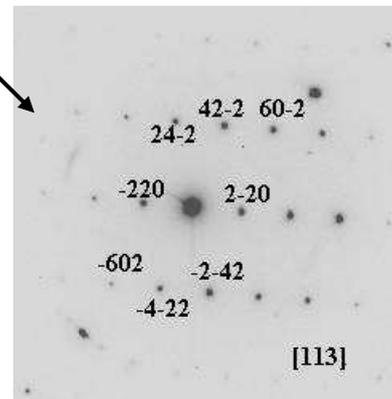
Les carbures de type M_6C et $M_{23}C_6$ (où $M = Fe, Mo$) formés dans l'acier non traité, sont également présents dans l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de trempe (photographies 3.9-3.11, figure 3.4).



Photographie 3.9. Microstructure de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de trempe à 25°C (*carbures de type M_6C et $M_{23}C_6$ (où $M = Fe, Mo$)*); champ clair x11500



Photographie 3.10. Cliché de diffraction des électrons du **carbure de type $(Fe, Mo)_{23}C_6$** de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de trempe à 25°C obtenu suivant l'axe de zone [110]



Photographie 3.11. Cliché de diffraction des électrons du **carbure de type $(Fe, Mo)_6C$** de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de trempe à 25°C obtenu suivant l'axe de zone [113]

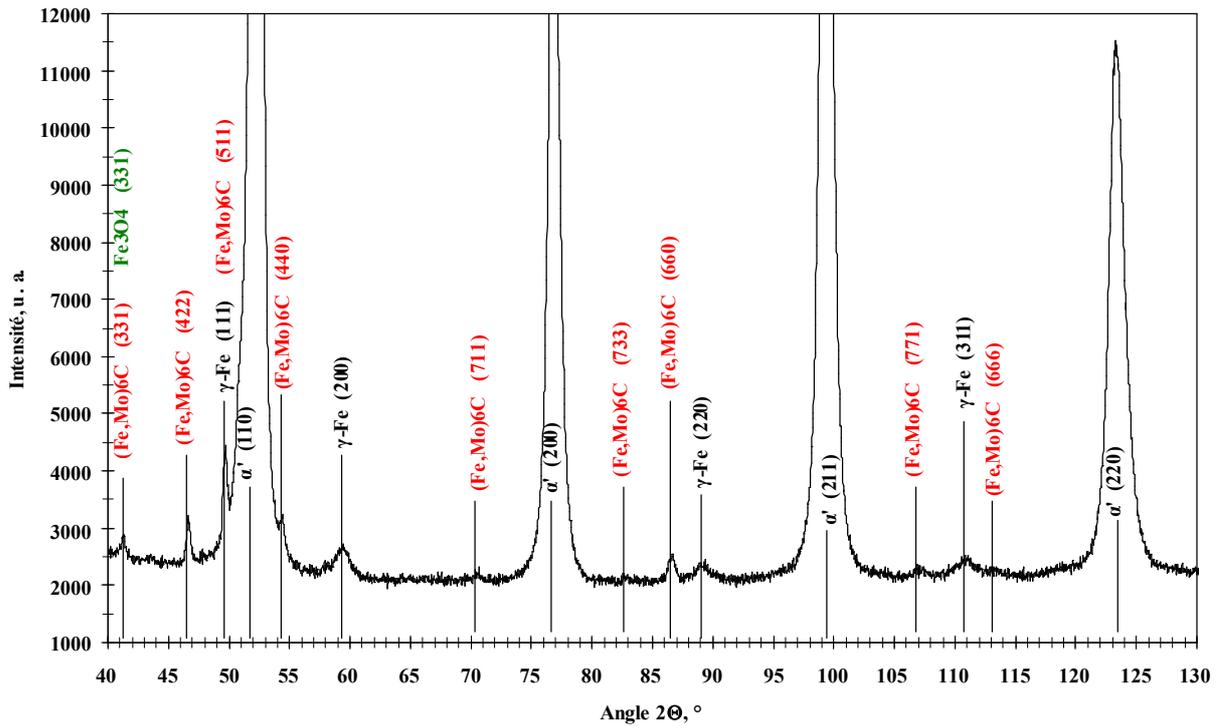


Figure 3.4. Cliché de diffraction des rayons X de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de trempe dans la solution de polymère à $T = 25^{\circ}\text{C}$ (présence de la phase martensitique, de l'austénite résiduelle, des carbures de type M_6C (où $M = \text{Fe}, \text{Mo}$))

Les observations effectuées montrent, que la microstructure de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de trempe est constituée d'une phase martensitique en lattes, d'austénite résiduelle et de carbures de type M_6C et $M_{23}C_6$ (ou $M = \text{Fe}, \text{Mo}$).

3.2.2. Durcissement de l'acier 15NiMoCr10 au cours du traitement de cémentation

Résistance au transfert de carbone à la surface de l'acier 15NiMoCr10

Au cours de traitement de cémentation de l'acier 15NiMoCr10 dans l'atmosphère « classique » de $\text{CO} - \text{H}_2$ (c'est-à-dire le traitement de cémentation à 960°C pendant 1h 35min avec le potentiel de carbone $P_c = 1,4$, suivi par le traitement de cémentation à 840°C pendant 2h 30min avec le potentiel en carbone $P_c = 0,8$), nous avons observé l'absence de transfert de carbone à l'interface gaz – solide à cause de la formation d'un film d'oxyde à base de silicium et de chrome. L'analyse chimique de la surface par SIMS (figure 3.5)

montre une migration du silicium et du chrome à la surface combinée à la présence d'oxygène.

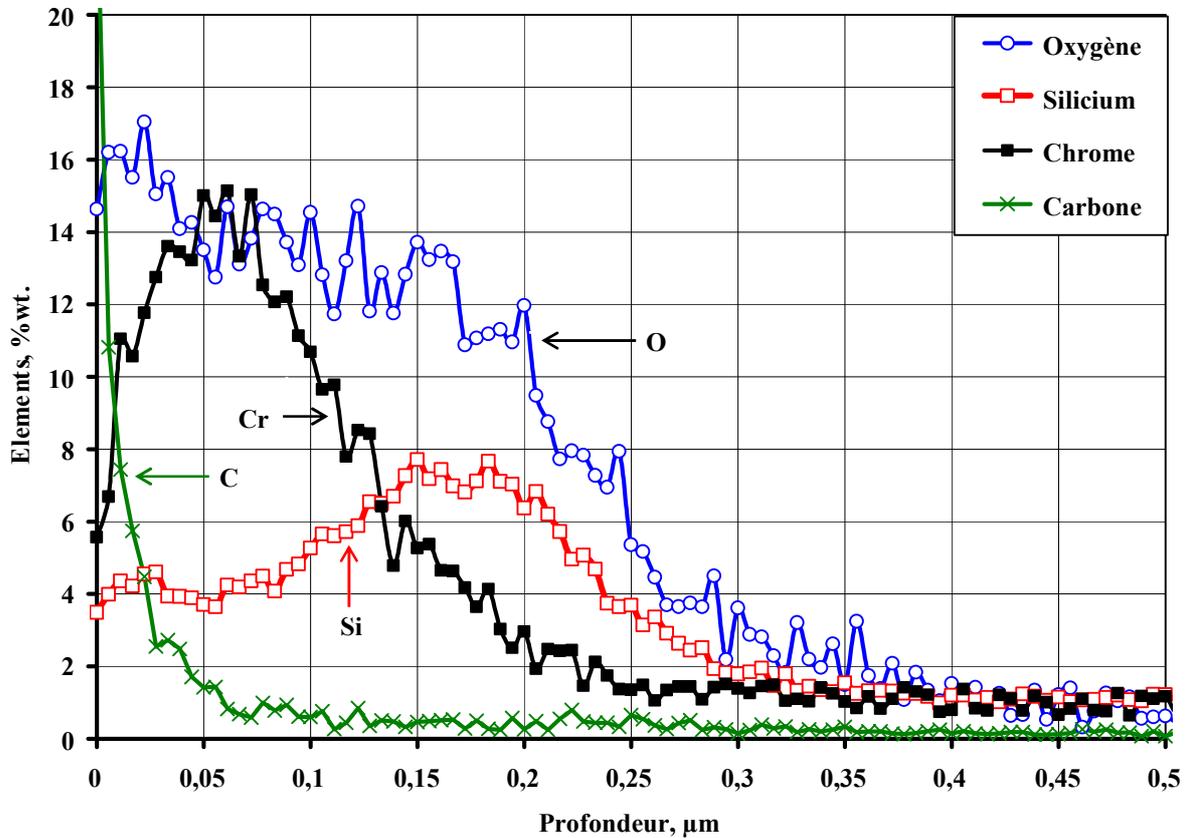


Figure 3.5. L'analyse chimique de la surface de l'acier 15NiMoCr10 après cémentation dans l'atmosphère « classique » de CO – H₂

Vraisemblablement la présence d'un film d'oxyde de silicium SiO₂ et de chrome Cr₂O₃ d'environ 200nm est responsable de l'absence de transfert de carbone à l'interface gaz – solide au cours de traitement de cémentation de l'acier 15NiMoCr10 dans l'atmosphère « classique » de CO – H₂.

La cause principale qui provoque la résistance de transfert à l'interface gaz – solide est la présence d'une fraction d'atomes d'oxygène adsorbés. Ces atomes d'oxygène sont présents pendant la réaction chimique à l'interface gaz – solide, car la molécule CO se décompose pour libérer un atome de carbone et un atome d'oxygène. Suivant la composition chimique de l'acier (éléments d'alliages à forte affinité pour l'oxygène : chrome, manganèse, silicium) cette oxydation de surface peut provoquer soit un réseau d'oxydation intergranulaire permettant néanmoins le transfert de carbone soit un film d'oxyde constituant un écran total au transfert de carbone [3.10].

Recherche des conditions particulières de l'enrichissement en carbone de l'acier 15NiMoCr10

L'absence de transfert de carbone dans l'atmosphère CO – H₂ a été le point de départ des travaux réalisés par T. Turpin [3.11] dans le cadre de sa thèse sur le transfert de carbone lors du traitement thermochimique de cémentation des aciers martensitiques inoxydables. L'étude du procédé de cémentation en phase gazeuse a montré [3.11], que pour assurer un transfert de carbone homogène à travers l'interface gaz – solide sur toute la surface, la phase d'enrichissement en carbone, réalisée sous hydrocarbure, doit être précédée d'une phase d'oxydation (sous l'air ou sous atmosphère riche en oxygène) à haute température afin de transformer la couche d'oxyde Cr₂O₃ (qui représente une véritable barrière de diffusion isolant l'alliage du milieu extérieur) en oxydes mixtes de type M₃O₄ et M₂O₃ (M = Fe, Cr,...) dont la résistance sur le transfert du carbone vers la phase solide est faible.

Inspirés par le travail de T. Turpin [3.11], nous avons effectué un essai préalable et nous proposons les étapes suivantes du traitement thermochimique de cémentation de l'acier 15NiMoCr10 :

- *une préoxydation à 850°C* pour transformer la couche d'oxydes de silicium et de chrome en oxydes mixtes poreux de types M₃O₄ et M₂O₃ (M = Fe, Cr, ...) et pour assurer un transfert de carbone homogène à travers l'interface gaz – solide sur toute la surface d'acier;
- *un enrichissement en carbone à 960°C* de la pièce à l'état austénitique dans un mélange N₂ – CH₄ (la température d'austénitisation complète Ac₃ pour l'acier 15NiMoCr10 est égale à 930°C) ;
- *une diffusion à flux (nul) à 960°C* dans l'atmosphère d'azote pour ajuster le profil de fraction massique de carbone ;
- *un maintien à 840°C* dans l'atmosphère d'azote pour que la pièce ait une température uniforme ;
- *une trempe* de la pièce dans un milieu choisi pour effectuer le durcissement de la couche cémentée par la transformation martensitique de la matrice austénitique.

A partir de simulations numériques nous avons établi des profils de fraction massique de carbone dans l'acier 15NiMoCr10 conduisant à deux profondeurs de cémentation : de 1000 et 2000µm. Les profondeurs visées sont égales à la distance entre la surface et la couche cémentée dont la fraction massique de carbone est de l'ordre de 0,35%.

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

La fraction massique de carbone dans la couche cémentée de l'acier 15NiMoCr10 recherchée par une simulation numérique, est comprise entre 0,6 et 0,7%, pour éviter la formation des proportions trop élevées d'austénite résiduelle, qui influence le niveau de durcissement des couches superficielles. L'utilisation de programme de calcul nous a permis de mettre au point deux cycles du traitement de cémentation de l'acier 15NiMoCr10 en estimant la durée de chaque étape ainsi que la durée total de traitement.

Le récapitulatif de deux cycles de traitement de la cémentation avec les traitements de trempe dans les milieux différents effectués sur l'acier 15NiMoCr10, est présenté dans le tableau 3.4.

Tableau 3.4. Cycles de traitements de cémentation de l'acier 15NiMoCr10

Profondeur souhaitée	Préoxydation à 850°C	Enrichissement en carbone à 960°C	Diffusion à flux (nul) à 960°C	Maintien à 840°C	Conditions de la trempe	
					Durée	Trempe dans la solution de polymère à 25°C
1000µm	20min	50min	2h 20min	30min	+	-
	20min	50min	2h 20min	30min	Dans l'huile (T = 140°C)	-
	20min	50min	2h 20min	30min	+	+
	20min	50min	2h 20min	30min	Dans l'huile (T = 140°C)	+
2000µm (traitement de longue durée)	20min	3h 40min	10h 30min	10min	+	+

Les traitements de revenu sous azote à 300°C-100h pendant 50, 100 et 200h sont réalisés pour étudier la stabilité des couches cémentées de l'acier 15NiMoCr10 avec l'augmentation de la température et du temps.

Profils de fraction massique de carbone

Le cycle du traitement de cémentation, que nous avons mis au point, permet d'obtenir les couches cémentées dans l'acier 15NiMoCr10 avec une fraction massique en surface comprise entre de 0,6 à 0,7%. Les figures 3.6-3.8 présentent les profils de fraction massique de carbone obtenus dans l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation

suiivi des traitements de la trempe dans les milieux différents, ainsi que les profils de fraction massique de carbone calculés par une simulation numérique.

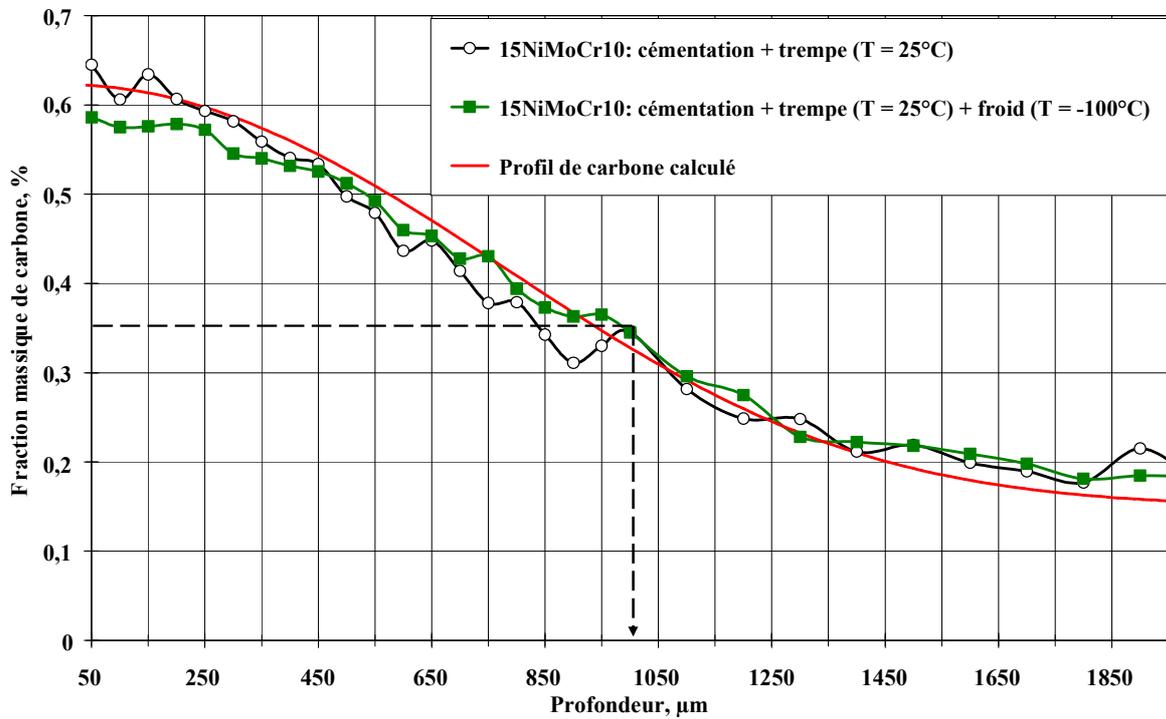


Figure 3.6. Profils de fraction massique de carbone de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C et du passage par le froid à -100°C

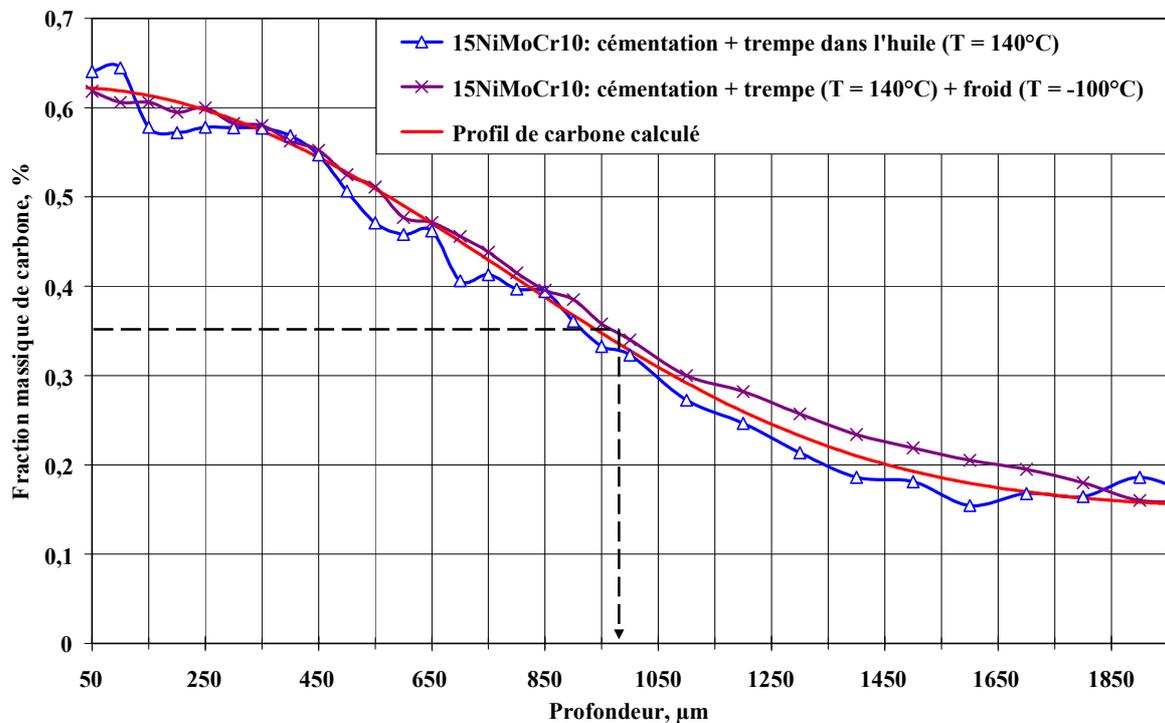


Figure 3.7. Profils de fraction massique de carbone de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans l'huile à 140°C et du passage par le froid à -100°C

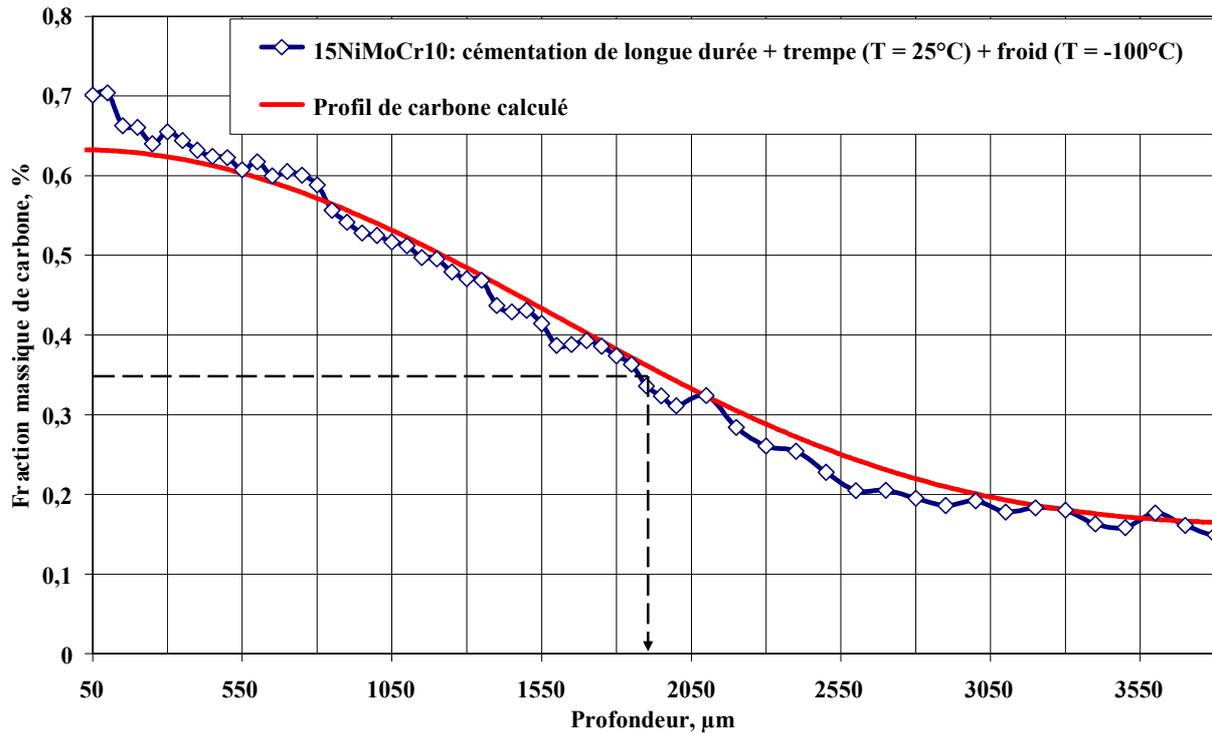


Figure 3.8. Profil de fraction massique de carbone de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation de longue durée suivi de la trempe dans la solution de polymère à 25°C puis du passage par le froid à -100°C

Les profils de fraction massique de carbone présentés mettent en évidence une très faible différence entre les résultats expérimentaux obtenus au cours de l'analyse par la microsonde électronique et les calculs numériques. Ce très faible écart témoigne de la validité des prévisions sur la diffusion du carbone dans l'acier 15NiMoCr10.

Les profondeurs souhaitées de la diffusion de carbone au cours des traitements de cémentation sont localisées à 1000 et 2000µm sous la surface de l'acier 15NiMoCr10.

Identification des phases présentes dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation

Les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation sont étudiées au microscope électronique à transmission et à l'aide de la diffraction des rayons X.

L'opération de trempe à la fin du traitement thermochimique de cémentation de l'acier 15NiMoCr10 conduit à la transformation martensitique et à la présence d'une proportion d'austénite résiduelle, qui évolue en fonction de la température d'arrêt de la

trempe. Les carbures de type M_6C (où $M = Fe, Mo$) observés dans l'acier 15NiMoCr10 non traité, sont également présents dans les couches superficielles après traitement de cémentation. Les figures 3.9-3.10 présentent les clichés de diffraction des rayons X de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de la cémentation suivi de la trempe dans les milieux différents.

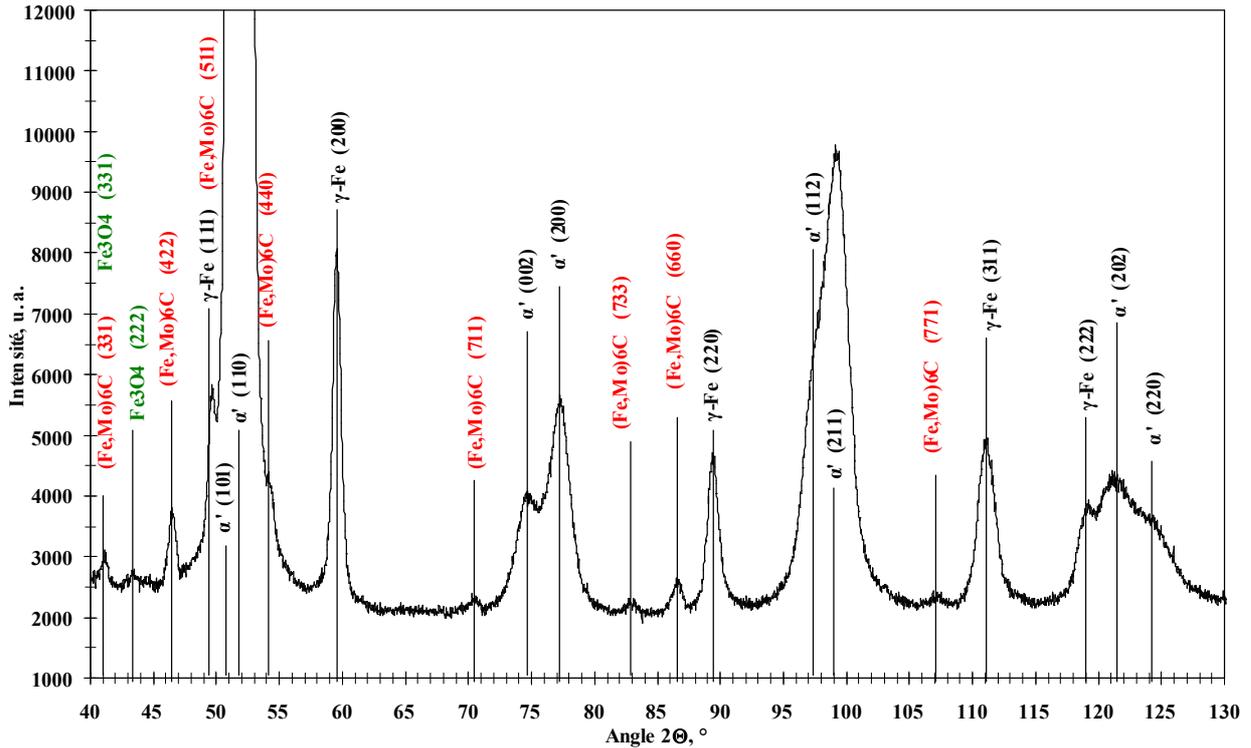


Figure 3.9. Cliché de diffraction des rayons X des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans la solution de polymère à $T = 25^\circ\text{C}$ (présence de la phase martensitique, de l'austénite résiduelle, des carbures de type M_6C (où $M = Fe, Mo$))

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

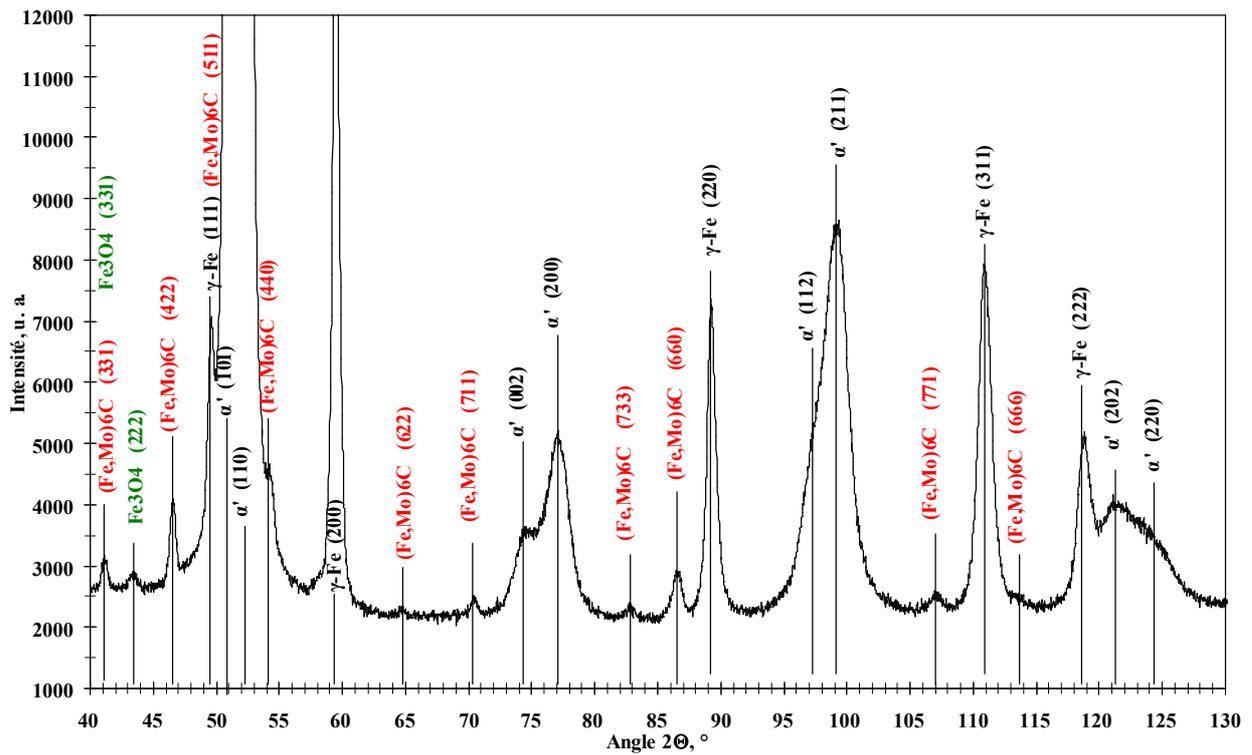


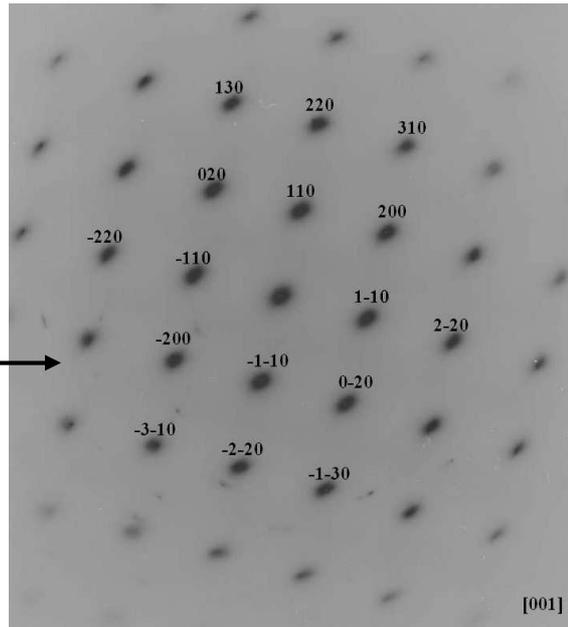
Figure 3.10. Cliché de diffraction des rayons X des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans l'huile à $T = 140^{\circ}\text{C}$ (présence de la phase martensitique, de l'austénite résiduelle, des carbures de type M_6C (où $M = \text{Fe}, \text{Mo}$))

La phase martensitique formée dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de la cémentation, observée au microscope électronique à transmission, a une morphologie en plaquettes (photographies 3.12-3.15).

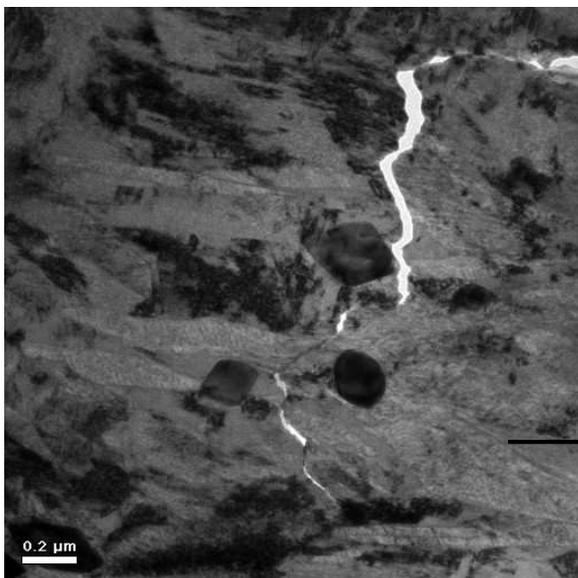
Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C



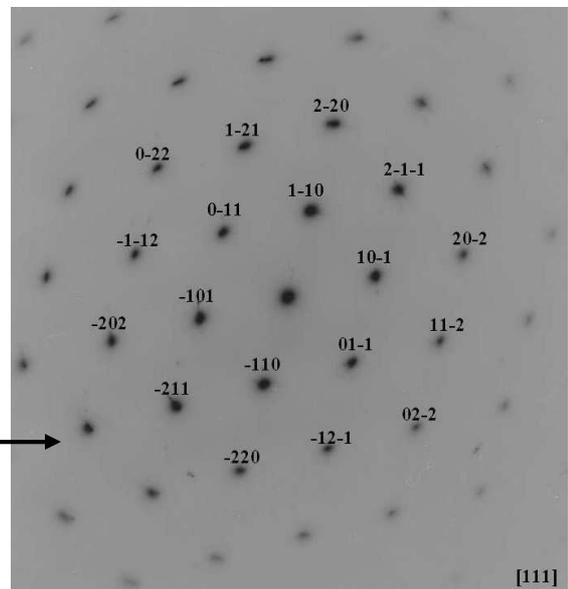
Photographie 3.12. Microstructure en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe à 25°C (*phase martensitique en plaquettes*) ; champ clair x35000



Photographie 3.13. Cliché de diffraction des électrons de la **phase martensitique** en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe à 25°C obtenu suivant l'axe de zone [001]



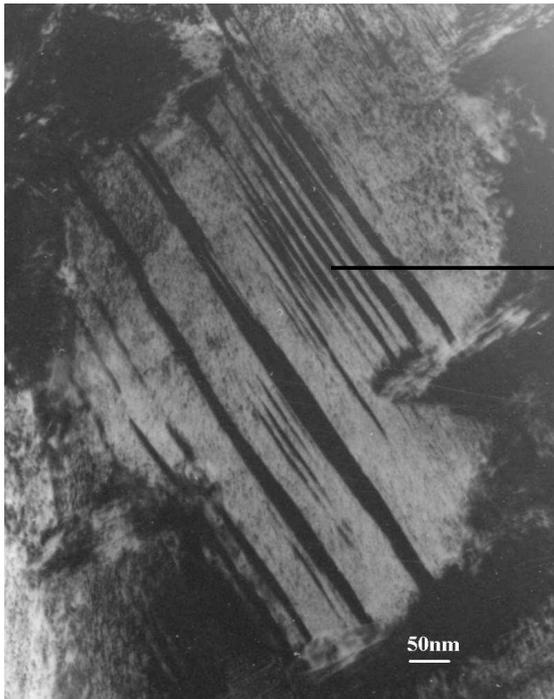
Photographie 3.14. Microstructure en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe à 140°C (*phase martensitique en plaquettes*) ; champ clair x8800



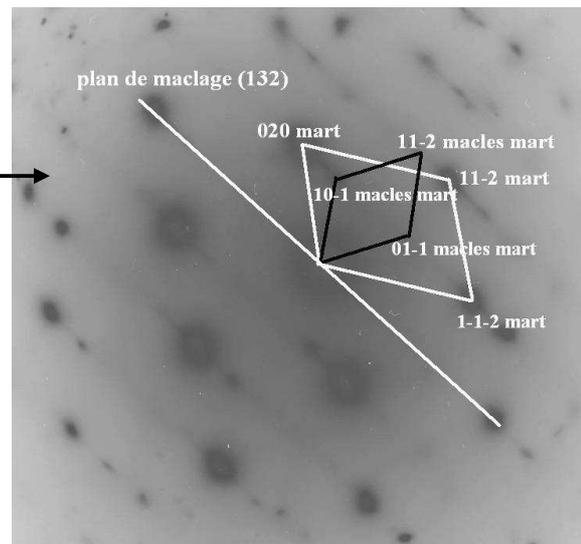
Photographie 3.15. Cliché de diffraction des électrons de la **phase martensitique** en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe à 140°C obtenu suivant l'axe de zone [111]

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

Chaque plaquette de la phase martensitique formée dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté a une sous-structure constituée de fines macles parallèles, dont une vue caractéristique est présentée sur la photographie 3.16. La photographie 3.17 représente le cliché de diffraction des électrons de la martensite avec les macles (le plan de maillage est (132)).



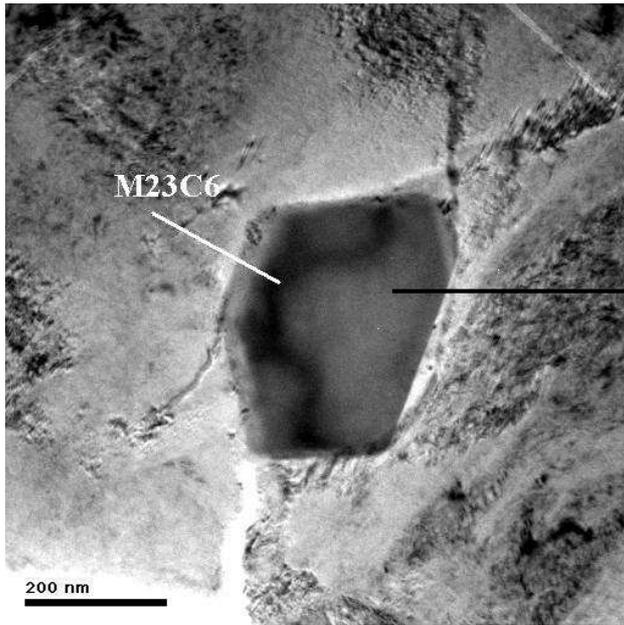
Photographie 3.16. Microstructure en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe à 25°C (*macles parallèles dans les plaquettes de la phase martensitique*); champ clair x75000



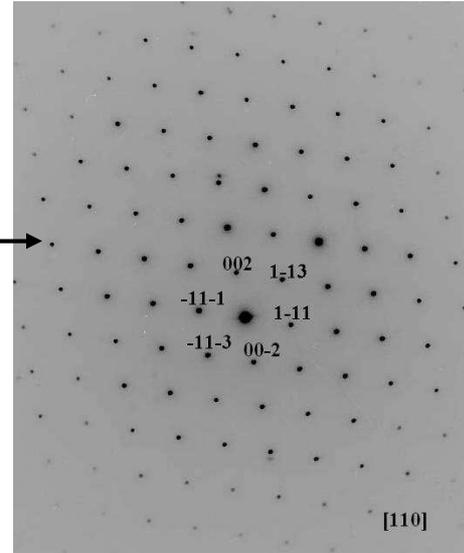
Photographie 3.17. Cliché de diffraction des électrons de la phase martensitique avec les macles (plan de maillage (132)) en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe à 25°C

- orientation de la martensite est obtenue suivant l'axe de zone [201] ;
- orientation des macles de la martensite est obtenue suivant l'axe de zone [111]

Les carbures de type M_2C_6 (où $M = Fe, Mo$) formées dans l'acier non traité, sont également présents dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation (photographies 3.18-3.19).



Photographie 3.18. Microstructure en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe à 25°C (*carbure de type $M_{23}C_6$* (où $M = Fe, Mo$)) ; champ clair x20000



Photographie 3.19. Cliché de diffraction des électrons du **carbure de type $(Fe, Mo)_{23}C_6$** en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe à 25°C obtenu suivant l'axe de zone [110]

Les observations des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation réalisées au microscope électronique à transmission et à l'aide de la diffraction des rayons X ont été comparées aux résultats obtenus par le logiciel Thermocalc. Les calculs sont faits à 800, 400 et 200°C. Dans cette plage de température les calculs indiquent la présence de carbures de type M_6C et $M_{23}C_6$ dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté. Ces résultats sont en accord avec les observations expérimentales.

La structure des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation est constituée d'une phase martensitique en plaquettes, d'austénite résiduelle et de carbures de type M_6C et $M_{23}C_6$ (où $M = Fe, Mo$).

Proportion d'austénite résiduelle

La proportion d'austénite résiduelle formée dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 au cours du traitement de cémentation, déterminée par la diffraction des rayons X, évolue en fonction de la température d'arrêt de la trempe (tableau 3.5).

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

Tableau 3.5. Proportion d'austénite résiduelle dans l'acier 15NiMoCr10

Traitement d'acier 15NiMoCr10	Proportion d'austénite résiduelle, %
Cémentation + trempe dans la solution du polymère ($T = 25^{\circ}\text{C}$)	16
Cémentation + trempe dans l'huile ($T = 140^{\circ}\text{C}$)	29
Cémentation + trempe dans la solution du polymère ($T = 25^{\circ}\text{C}$) + traitement par le froid ($T = -100^{\circ}\text{C}$)	6
Cémentation + trempe dans l'huile ($T = 140^{\circ}\text{C}$) + traitement par le froid ($T = -100^{\circ}\text{C}$)	5

La proportion d'austénite résiduelle dans la couche cémentée de l'acier 15NiMoCr10 est de l'ordre de 29% après l'arrêt de la trempe à 140°C (trempe dans l'huile).

Lorsque la transformation martensitique n'est plus arrêtée à 140°C mais poursuivie jusqu'à la température ambiante, la proportion d'austénite résiduelle diminue de moitié (16% après la trempe dans la solution du polymère à $T = 25^{\circ}\text{C}$).

Un abaissement de la température de trempe de l'acier 15NiMoCr10 cémenté au-dessous de 25°C permet de continuer la transformation de l'austénite résiduelle non transformée à la température ambiante. En effet, après le traitement par le froid à -100°C la proportion d'austénite résiduelle dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté devient faible (5 et 6%).

Durcissement de l'acier 15NiMoCr10

La transformation martensitique de la matrice austénitique au cours de la trempe après l'enrichissement en carbone provoque le durcissement des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10. Les figures 3.11-3.12 représentent les filiations de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après les traitements de cémentation suivi des traitements de trempe dans les milieux différents.

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

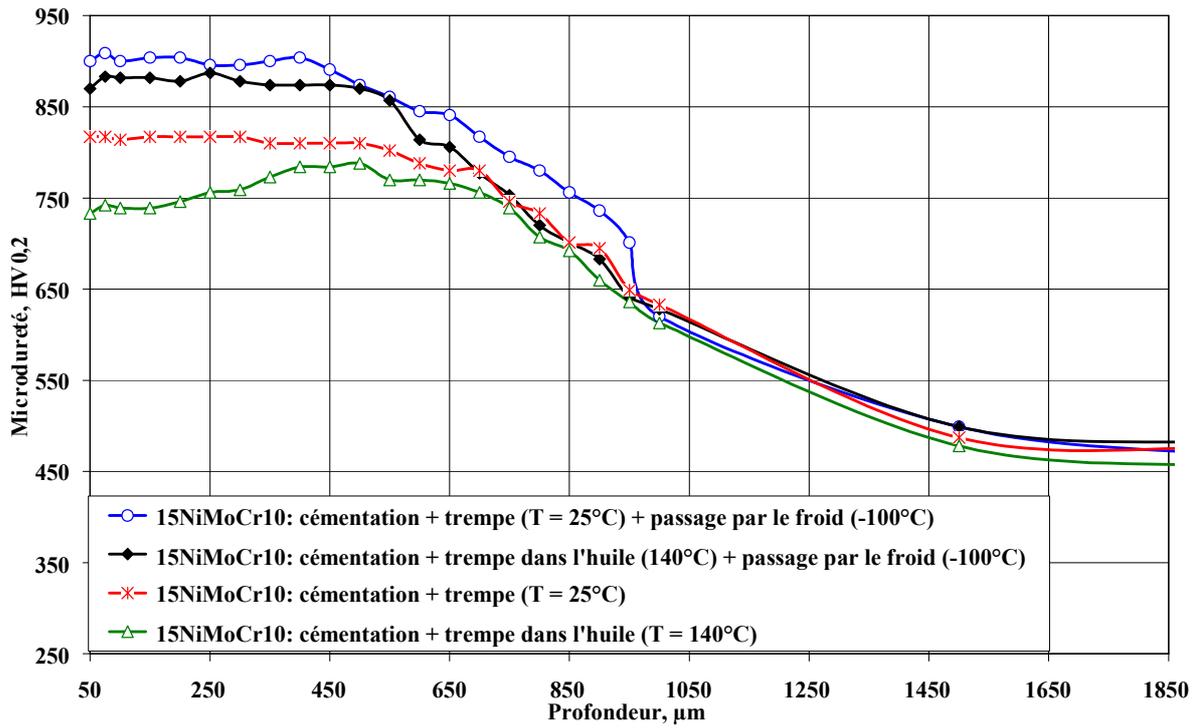


Figure 3.11. Profils de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi des traitements de trempe dans les milieux différents

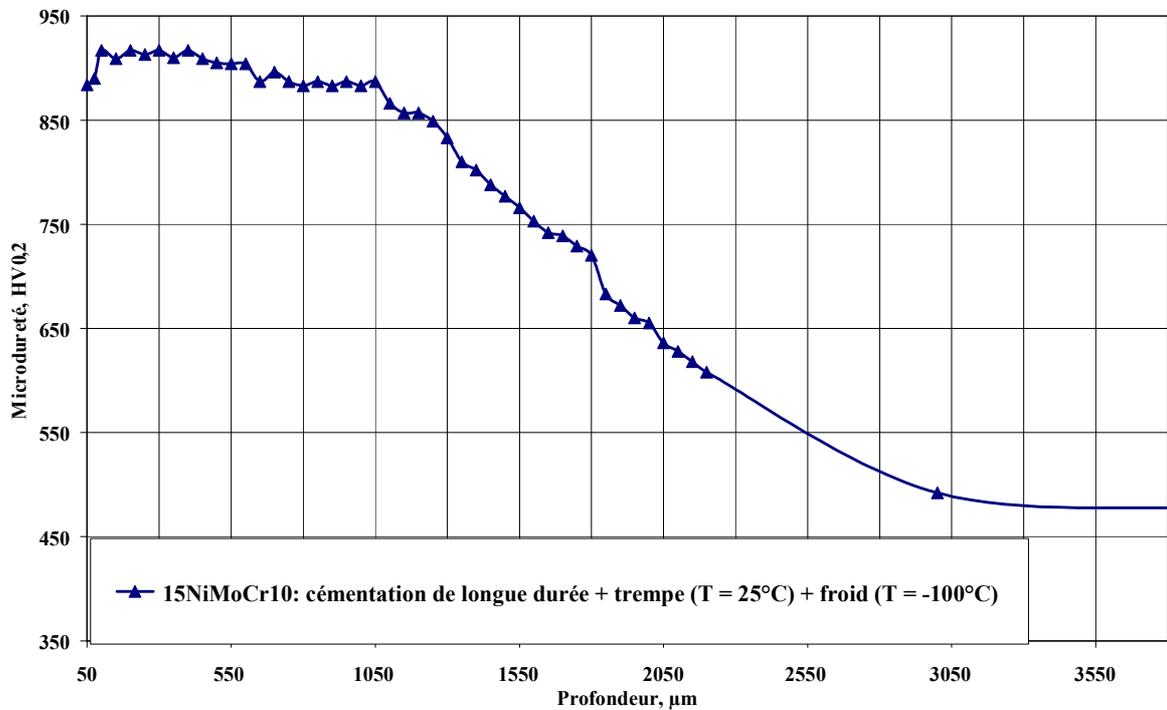


Figure 3.12. Profils de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation de longue durée

Les profils de fraction massique de carbone développés dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 au cours de traitement de cémentation conduisent à des niveaux importants de microdureté, de l'ordre de 750-900HV_{0,2} sur 600µm de profondeur. Au-delà de 600µm les profils de microdureté décroissent progressivement jusqu'à cœur du matériau.

Le profil de fraction massique de carbone obtenu dans l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation de longue durée permet d'avoir la microdureté de l'ordre de 900HV_{0,2} sur 1100µm de profondeur (figure 3.12).

Le niveau du durcissement de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation varie en fonction de la proportion d'austénite résiduelle dans les couches superficielles. En effet, la microdureté est maximale, de l'ordre de 900HV_{0,2}, après le traitement de cémentation suivi du passage par le froid à -100°C, puisque la proportion d'austénite résiduelle est faible (5 et 6%).

Le niveau de microdureté est minimal, de l'ordre de 750HV_{0,2}, après le traitement de cémentation suivi de la trempe dans l'huile à 140°C, cela s'explique par la présence d'une proportion assez importante d'austénite résiduelle (29%) dans la couche superficielle de l'acier 15NiMoCr10 cémenté.

Mise en compression de la couche superficielle de l'acier 15NiMoCr10

La transformation martensitique de la matrice austénitique au cours de l'opération de trempe après l'enrichissement en carbone, conduit à l'établissement d'un champ de contraintes résiduelles de compression dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10. La figure 3.13 présente la distribution des contraintes résiduelles dans la couche superficielle de l'acier 15NiMoCr10 cémenté.

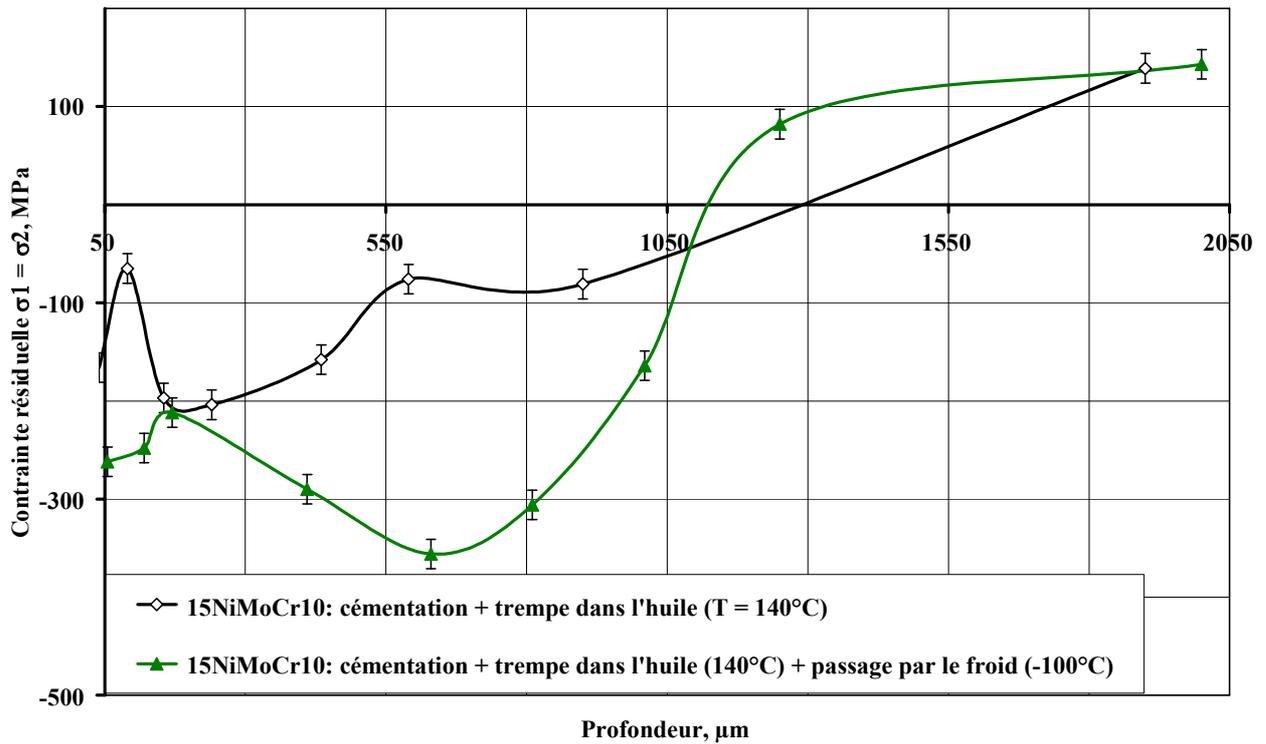


Figure 3.13. Distribution des contraintes résiduelles $\sigma_1 = \sigma_2$ dans l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation (mesures réalisées au CETIM de Senlis par la diffraction des rayons X)

Le niveau de compression dans la couche superficielle de l'acier 15NiMoCr10 cémenté varie en fonction des conditions de la trempe. Lorsque l'opération de trempe se réalise dans l'huile ($T = 140^{\circ}\text{C}$) suivi d'un passage par le froid ($T = -100^{\circ}\text{C}$), le niveau de compression est supérieur par rapport à celui atteint après la trempe dans l'huile ($T = 140^{\circ}\text{C}$).

La compression maximale est de l'ordre de -350MPa dans l'acier 15NiMoCr10 cémenté après la trempe dans l'huile ($T = 140^{\circ}\text{C}$) suivi du passage par le froid ($T = -100^{\circ}\text{C}$) à une profondeur de $600\mu\text{m}$. Lorsque l'opération de trempe s'effectue dans l'huile à la température de 140°C , le maximum du champ de contraintes de compression est de l'ordre de -200MPa à $250\mu\text{m}$ sous la surface.

Quand la compression maximale est atteinte, le niveau des contraintes résiduelles diminue. La couche superficielle de l'acier 15NiMoCr10 cémenté après la trempe dans l'huile à 140°C reste en compression jusqu'à une profondeur de $1300\mu\text{m}$ et jusqu'à une profondeur de $1100\mu\text{m}$ après la trempe dans l'huile suivi d'un passage par le froid à -100°C .

Le cœur de l'acier 15NiMoCr10 cémenté est en traction de l'ordre de 150MPa à une profondeur de 2000 μ m.

3.2.3. Stabilité des couches cémentées de l'acier 15NiMoCr10 avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

Les couches cémentées de l'acier 15NiMoCr10 évoluent avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C. Les résultats expérimentaux montrent, que les contraintes résiduelles de compression introduites au cours d'opération de la trempe après le traitement de cémentation dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 ne restent pas stables après le traitement de revenu à 300°C-100h (figure 3.14).

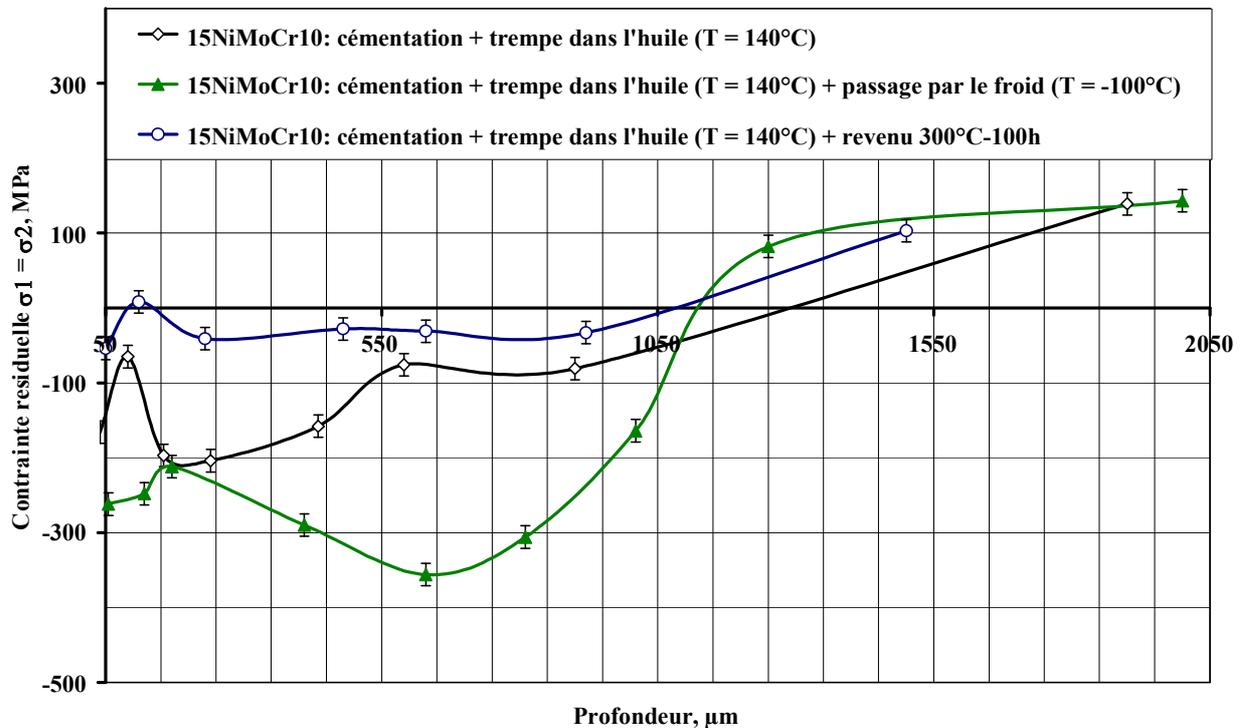


Figure 3.14. Distribution des contraintes résiduelles $\sigma_1 = \sigma_2$ dans l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation et après traitement de revenu à 300°C-100h (mesures réalisées au CETIM de Senlis par la diffraction des rayons X)

Le niveau des contraintes résiduelles introduites dans les couches cémentées de l'acier 15NiMoCr10 diminue jusqu'à des valeurs de l'ordre de -50MPa sur une profondeur de 1000 μ m après le traitement de revenu à 300°C-100h. Le cœur de l'acier 15NiMoCr10 cémenté est mis en traction de l'ordre de 100MPa après le revenu à 300°C-100h. Nous

constatons une relaxation d'origine thermique des contraintes résiduelles dans l'acier 15NiMoCr10 cémenté après le traitement de revenu à 300°C-100h.

Le niveau de durcissement des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté diminue d'environ 150HV_{0,2} après le traitement de revenu à 300°C-50h (figures 3.15-3.18). La microdureté des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 ne varie plus avec l'augmentation de la durée de revenu à 300°C de 50 à 100h. Les figures 3.15-3.18 présentent les profils de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation suivi des traitements de trempe dans les milieux différents et après les traitements de revenu à 300°C pendant 50 et 100h.

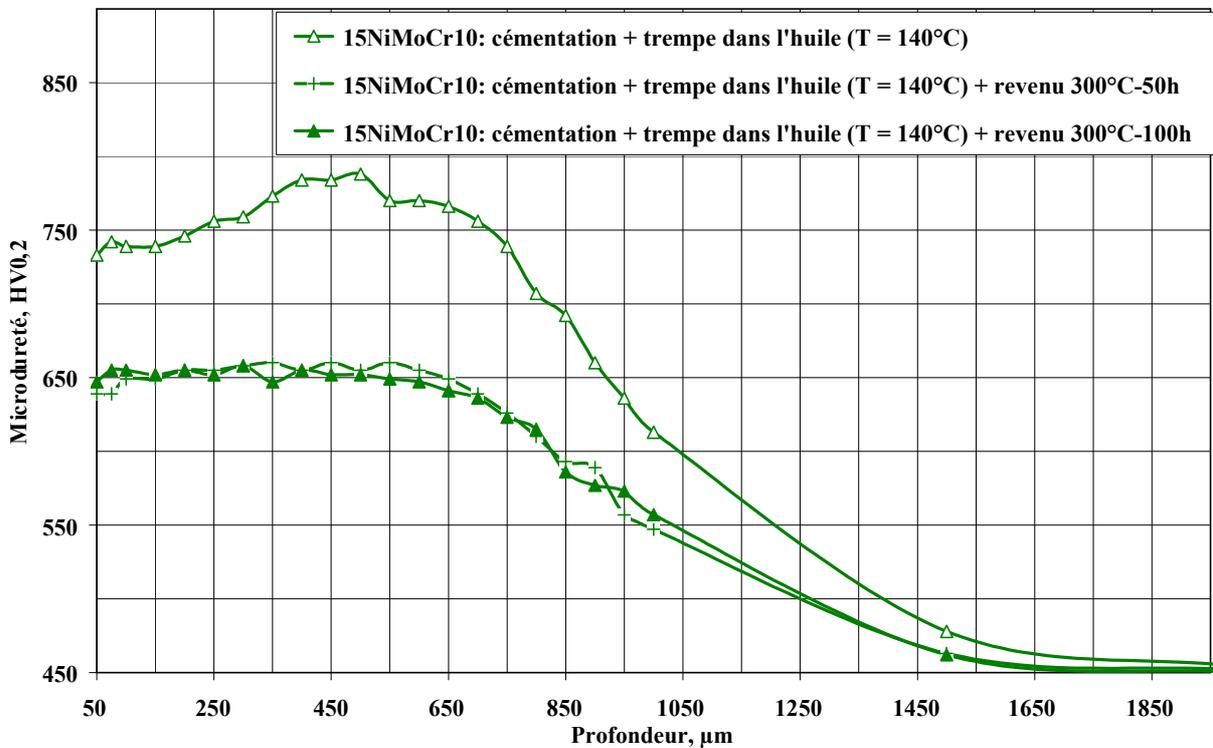


Figure 3.15. Profils de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans l'huile à T = 140°C et après traitement de revenu à 300°C pendant 50 et 100h

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

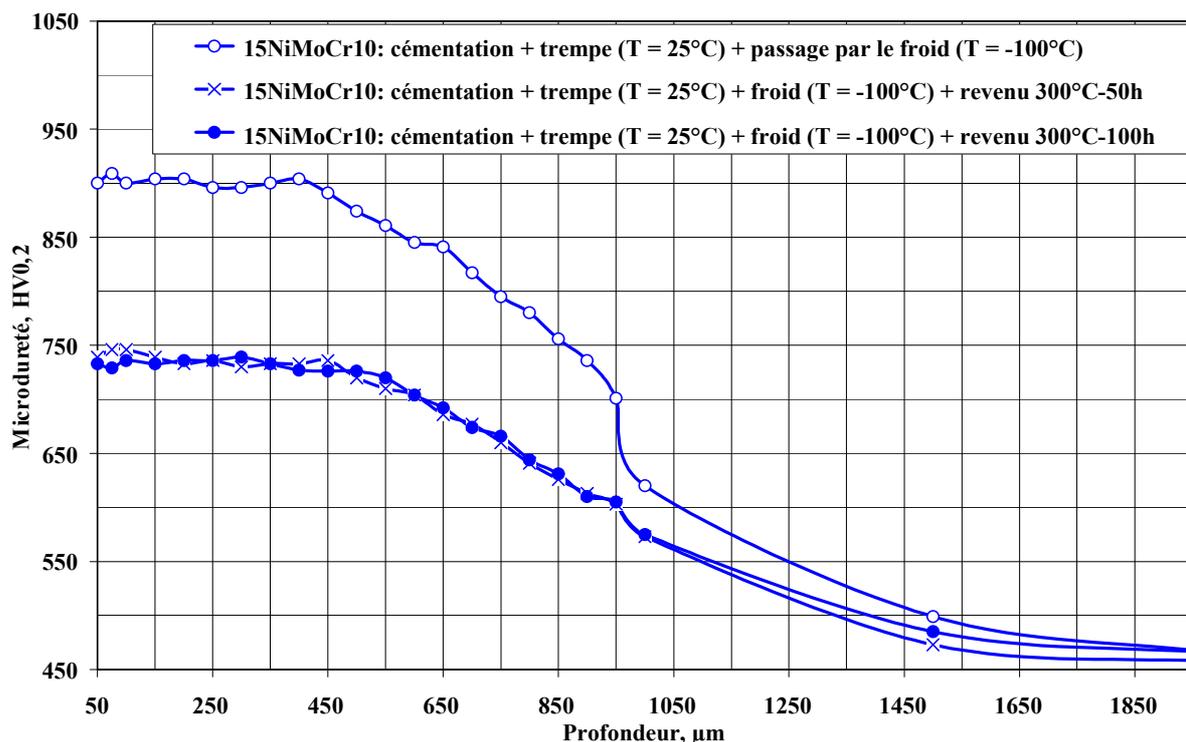


Figure 3.16. Profils de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans la solution de polymère à $T = 25^{\circ}\text{C}$ puis du passage par le froid à $T = -100^{\circ}\text{C}$ et après traitement de revenu à 300°C pendant 50 et 100h

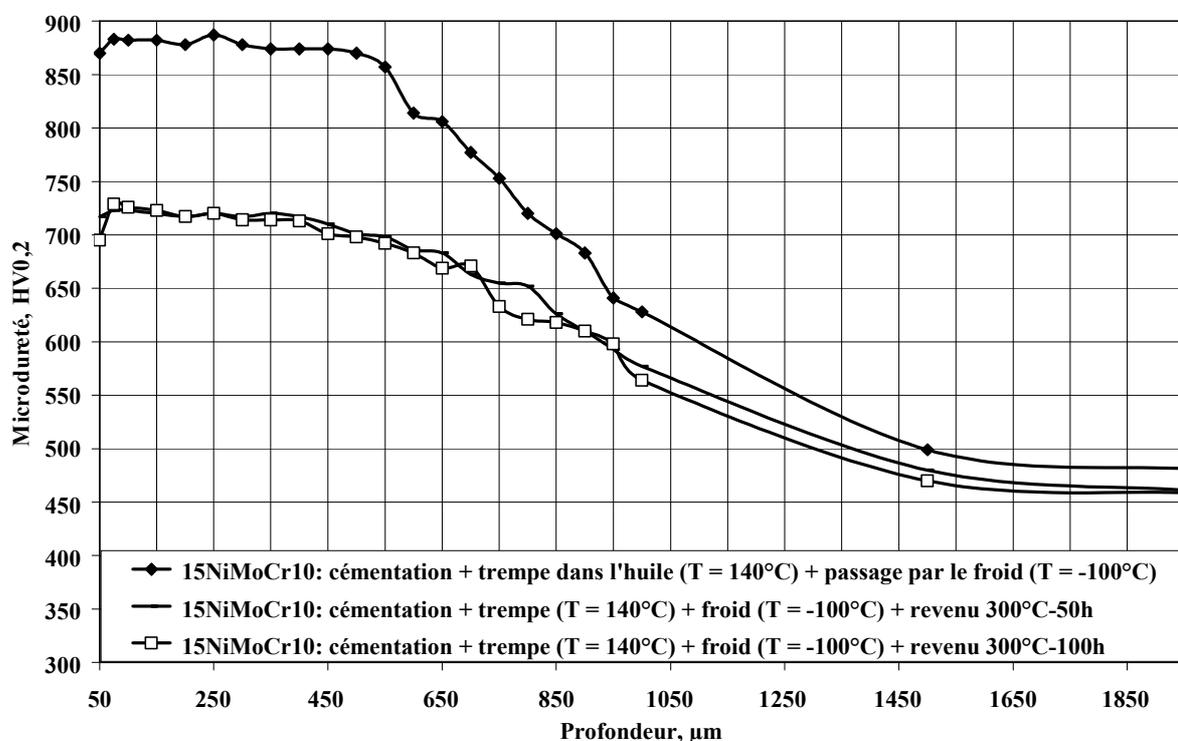


Figure 3.17. Profils de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans l'huile à $T = 140^{\circ}\text{C}$ puis du passage par le froid à $T = -100^{\circ}\text{C}$ et après traitement de revenu à 300°C pendant 50 et 100h

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

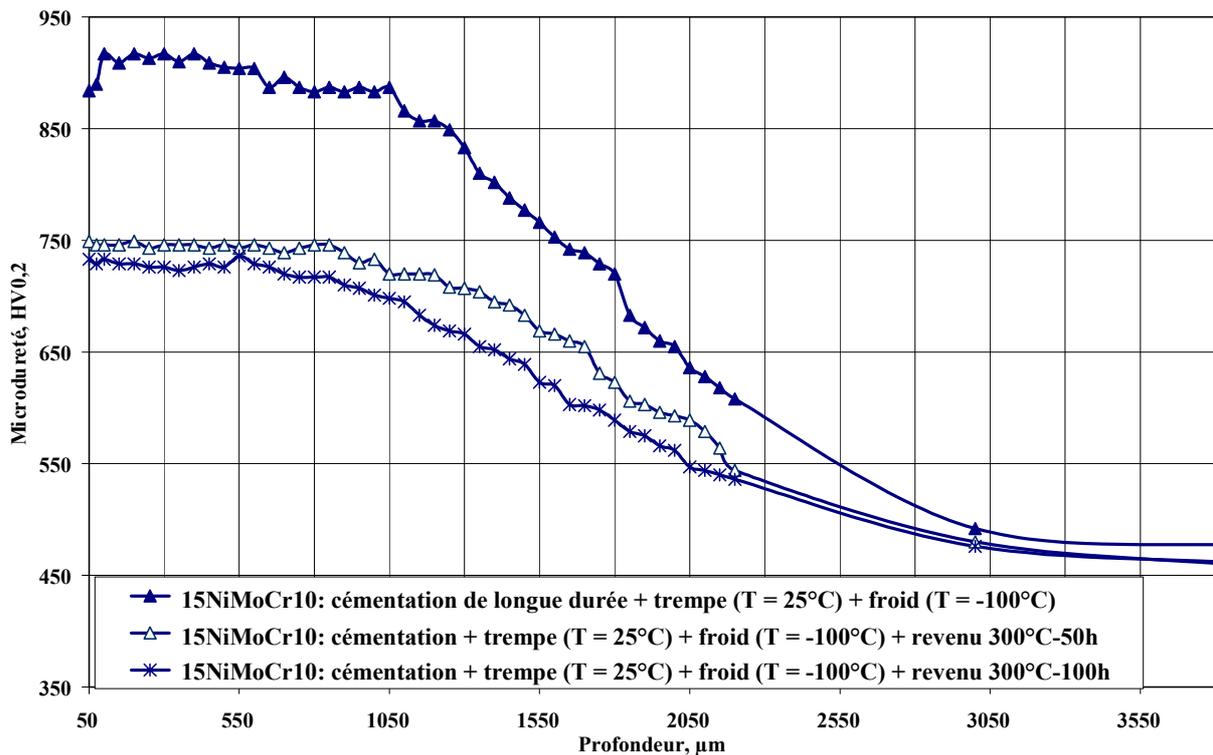


Figure 3.18. Profils de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation de longue durée suivi de la trempe dans la solution de polymère à $T = 25^{\circ}\text{C}$ puis du passage par le froid à $T = -100^{\circ}\text{C}$ et après traitement de revenu à 300°C pendant 50 et 100h

La relaxation des contraintes résiduelles et l'adoucissement des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté et revenu à 300°C s'expliquent par les transformations structurales dans la phase martensitique avec l'augmentation de la température. Le tableau 3.6 présente les valeurs de la distorsion c/a de la maille quadratique de la phase martensitique de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation suivi des traitements de trempe dans les milieux différents et après le traitement de revenu à 300°C -100h.

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

Tableau 3.6. Valeurs de la distorsion c/a de la maille quadratique de la phase martensitique de l'acier 15NiMoCr10

Traitement d'acier 15NiMoCr10	Rapport c/a		
	Après le traitement de cémentation (valeur expérimentale)	Après le traitement de cémentation (valeur théorique) $c/a = 1 + 0,045 * \%C_{\text{surf}}$	Après le traitement de revenu à 300°C-100h
Cémentation + <i>trempe dans la solution du polymère (T = 25°C)</i>	1,028	1,029 (%C _{surf} = 0,645)	1,008
Cémentation + <i>trempe dans l'huile (T = 140°C)</i>	1,028	1,029 (%C _{surf} = 0,641)	1,009
Cémentation + <i>trempe dans la solution du polymère (T = 25°C) + traitement par le froid (T = -100°C)</i>	1,027	1,026 (%C _{surf} = 0,586)	1,009
Cémentation + <i>trempe dans l'huile (T = 140°C) + traitement par le froid (T = -100°C)</i>	1,026	1,028 (%C _{surf} = 0,618)	1,009

Avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C le carbone quitte les sites, qu'il occupe dans la maille quadratique de la martensite, ce qui conduit à la diminution importante de la distorsion c/a de la maille quadratique de la phase martensitique de l'acier 15NiMoCr10 cémenté, ce qui est identifié par la diffraction des rayons X (tableau 3.6). La diminution de la distorsion c/a explique la relaxation des contraintes résiduelles et l'adoucissement des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté après le traitement de revenu à 300°C.

Les résultats expérimentaux ont montré, que le niveau de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 cémenté reste élevé, de l'ordre de 650 à 750HV_{0,2}, sur une profondeur de 600

(figures 3.15-3.17) à 1100 μm (figure 3.18), après le traitement de revenu à 300°C-100h, contrairement aux profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés et revenus à 300°C-100h continûment décroissant jusqu'aux cœur des matériaux (figure 3.19).

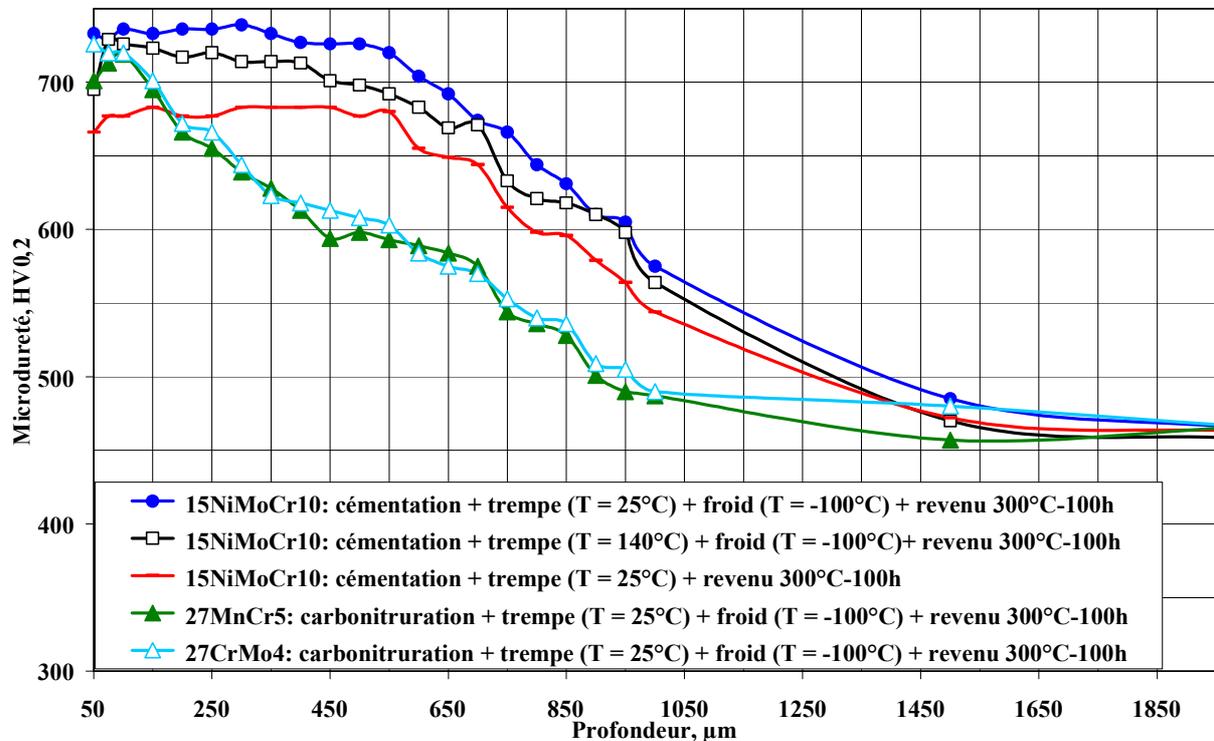


Figure 3.19. Profils de microdureté des aciers 15NiMoCr10, 27MnCr5 et 27CrMo4 après traitement de revenu à 300°C-100h

L'influence du silicium, présent dans l'acier 15NiMoCr10, sur la décomposition de la structure martensitique avec l'augmentation de la température, permet d'expliquer le maintien du niveau élevé, de l'ordre de 650 à 750HV_{0,2}, de microdureté dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté et revenu à 300°C-100h.

Les figures 3.20-3.21 présentent les clichés de diffraction des rayons X de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation suivi de la trempe dans les milieux différents puis du traitement de revenu à 300°C-100h.

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

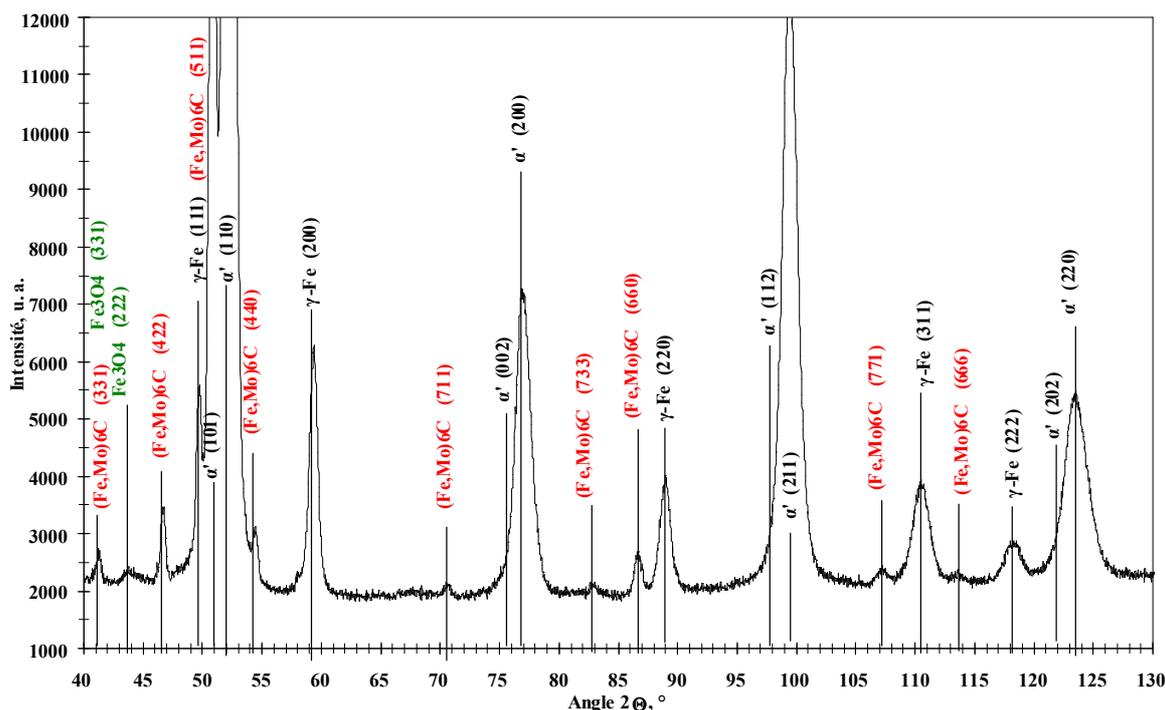


Figure 3.20. Cliché de diffraction des rayons X de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans la solution de polymère à $T = 25^{\circ}\text{C}$ puis du traitement de revenu à 300°C -100h (présence de la phase martensitique à bas carbone, de l'austénite résiduelle, des carbures de type M_6C (où $M = \text{Fe}, \text{Mo}$))

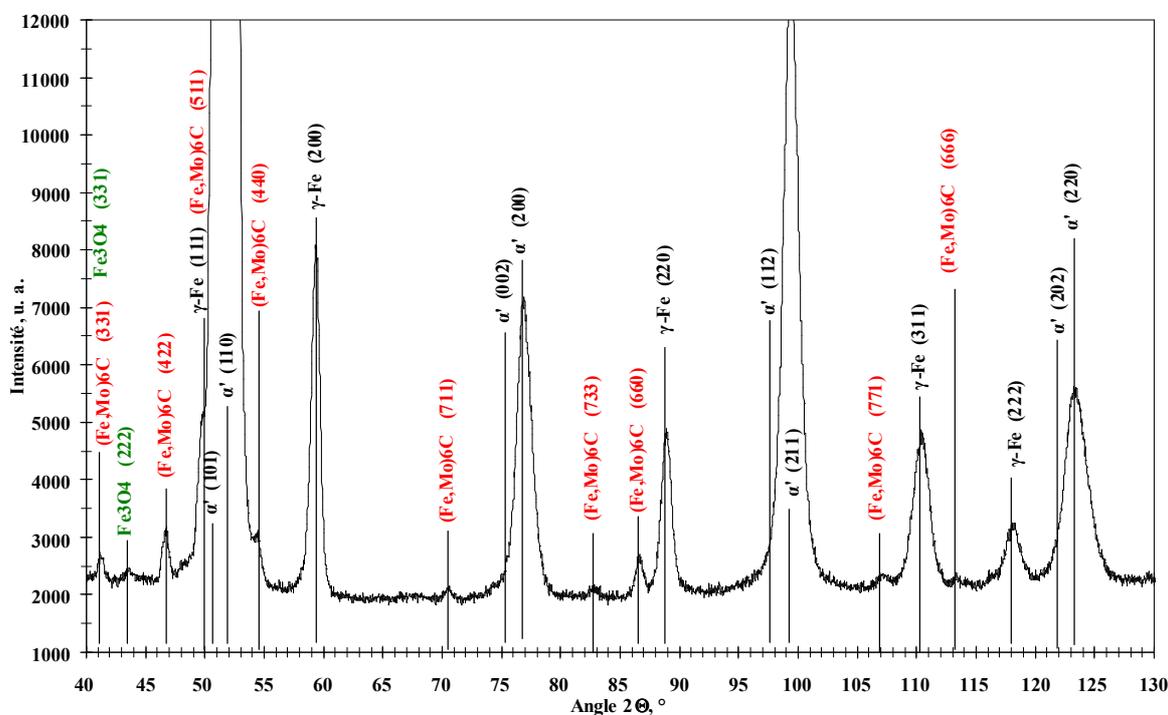


Figure 3.21. Cliché de diffraction des rayons X de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans l'huile à $T = 140^{\circ}\text{C}$ puis du traitement de revenu à 300°C -100h (présence de la phase martensitique à bas carbone, de l'austénite résiduelle, des carbures de type M_6C (où $M = \text{Fe}, \text{Mo}$))

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

Les clichés de diffraction des rayons X des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation suivi de la trempe dans les milieux différents puis du traitement de revenu à 300°C-100h montrent la présence de la phase martensitique à bas carbone, de l'austénite résiduelle et des carbures de type M_6C (où $M = Fe, Mo$). La précipitation de la cémentite Fe_3C n'est pas identifiée dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté et revenu à 300°C-100h. La proportion d'austénite résiduelle formée dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 au cours du traitement de cémentation et après le traitement de revenu à 300°C pendant 50 et 100h, déterminée par la diffraction des rayons X, est présentée dans le tableau 3.7.

Tableau 3.7. Proportion d'austénite résiduelle dans l'acier 15NiMoCr10

Traitement d'acier 15NiMoCr10	Proportion d'austénite résiduelle, %		
	Après traitement de cémentation	Après le traitement de revenu à 300°C-50h	Après le traitement de revenu à 300°C-100h
Cémentation + <i>trempe dans la solution du polymère</i> ($T = 25^\circ C$)	16	-	15
Cémentation + <i>trempe dans l'huile</i> ($T = 140^\circ C$)	29	22	21
Cémentation + <i>trempe dans la solution du polymère</i> ($T = 25^\circ C$) + <i>traitement par le froid</i> ($T = -100^\circ C$)	6	4	4
Cémentation + <i>trempe dans l'huile</i> ($T = 140^\circ C$) + <i>traitement par le froid</i> ($T = -100^\circ C$)	5	3	3

L'austénite résiduelle formée dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté ne subit pratiquement aucune transformation après le revenu à 300°C pendant 50 et 100h (tableau 3.7).

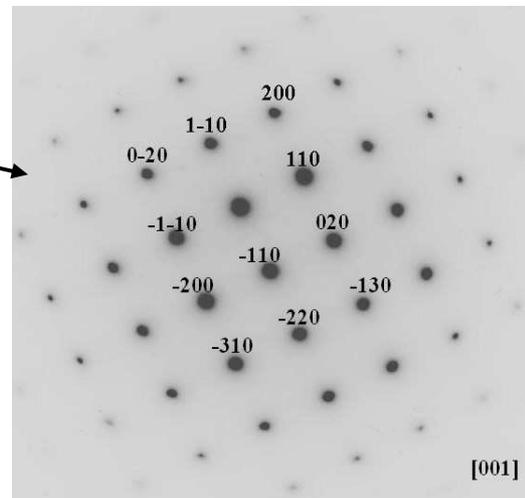
La présence de la martensite et d'austénite résiduelle, ainsi que des carbures de type M_6C et $M_{23}C_6$ (où $M = Fe, Mo$) dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 après le traitement de cémentation suivi du traitement de revenu à 300°C-100h est

Chapitre 3 : Etude de la stabilité du durcissement par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement de cémentation effectué sur une nuance d'acier allié au silicium avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C

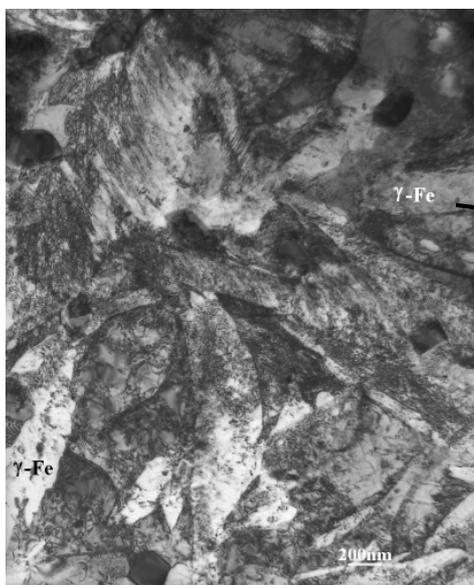
confirmée par les diagrammes de diffraction des électrons et les photographies faits au microscope électronique à transmission (photographies 3.20-3.27).



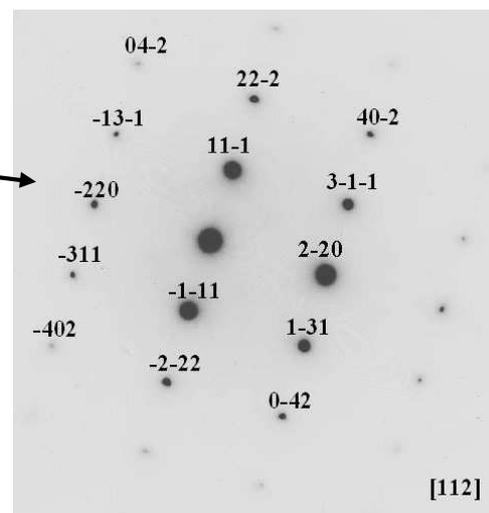
Photographie 3.20. Microstructure en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi du revenu à 300°C-100h (*macles dans les plaquettes de la phase martensitique*) ; champ clair x22000



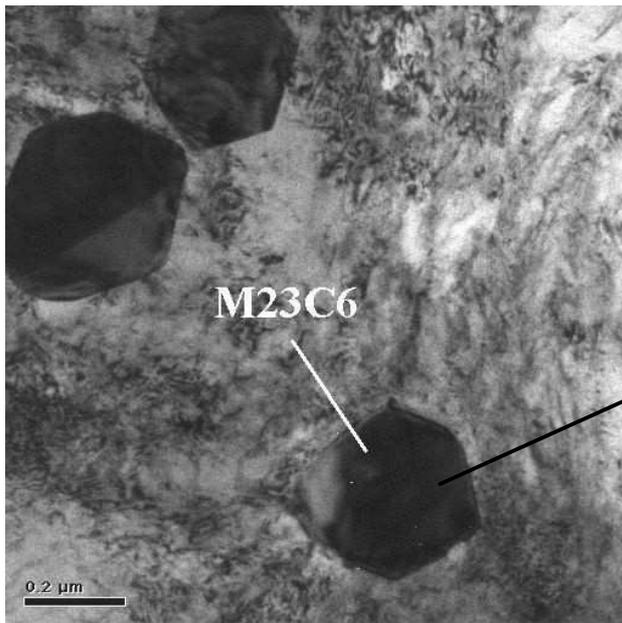
Photographie 3.21. Cliché de diffraction des électrons de la **phase martensitique** en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi du revenu à 300°C-100h obtenu suivant l'axe de zone [001]



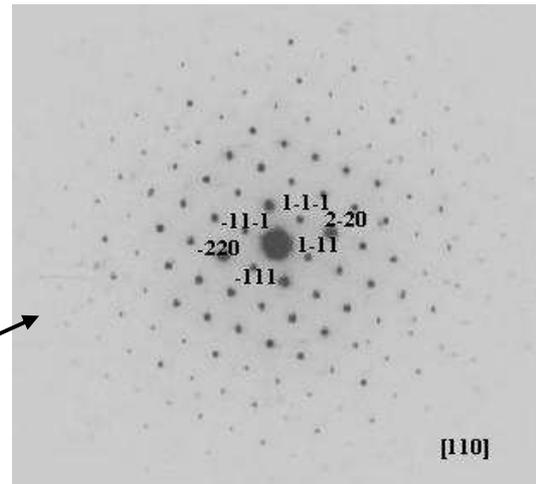
Photographie 2.22. Microstructure en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi du revenu à 300°C-100h (*macles dans les plaquettes de la phase martensitique et l'austénite résiduelle*) ; champ clair x22000



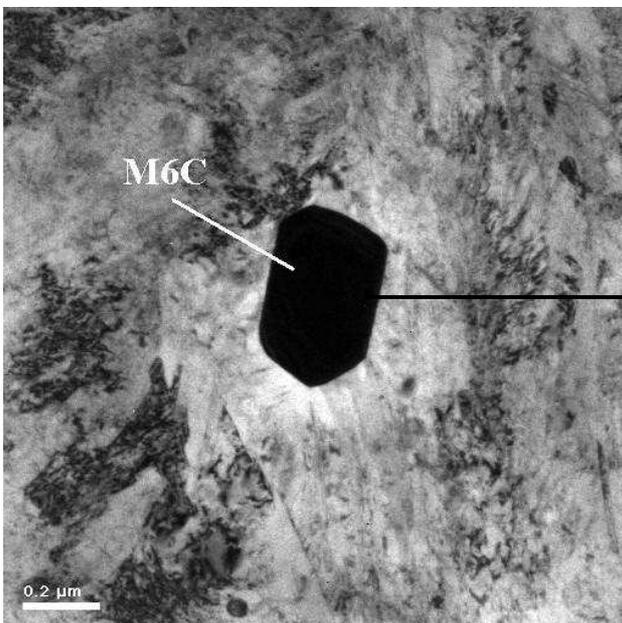
Photographie 2.23. Cliché de diffraction des électrons de l'**austénite résiduelle** en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi du revenu à 300°C-100h obtenu suivant l'axe de zone [112]



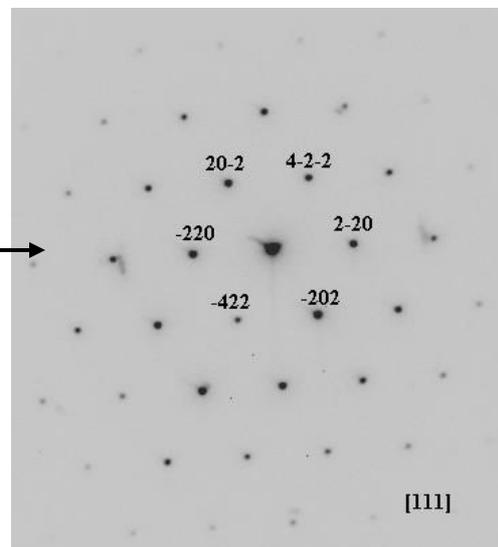
Photographie 2.24. Microstructure en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi du revenu à 300°C-100h (*carbure de type $(Fe, Mo)_23C_6$*) ; champ clair x15000



Photographie 3.25. Cliché de diffraction des électrons du **carbure de type $(Fe, Mo)_23C_6$** en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi du revenu à 300°C-100h obtenu suivant l'axe de zone [110]

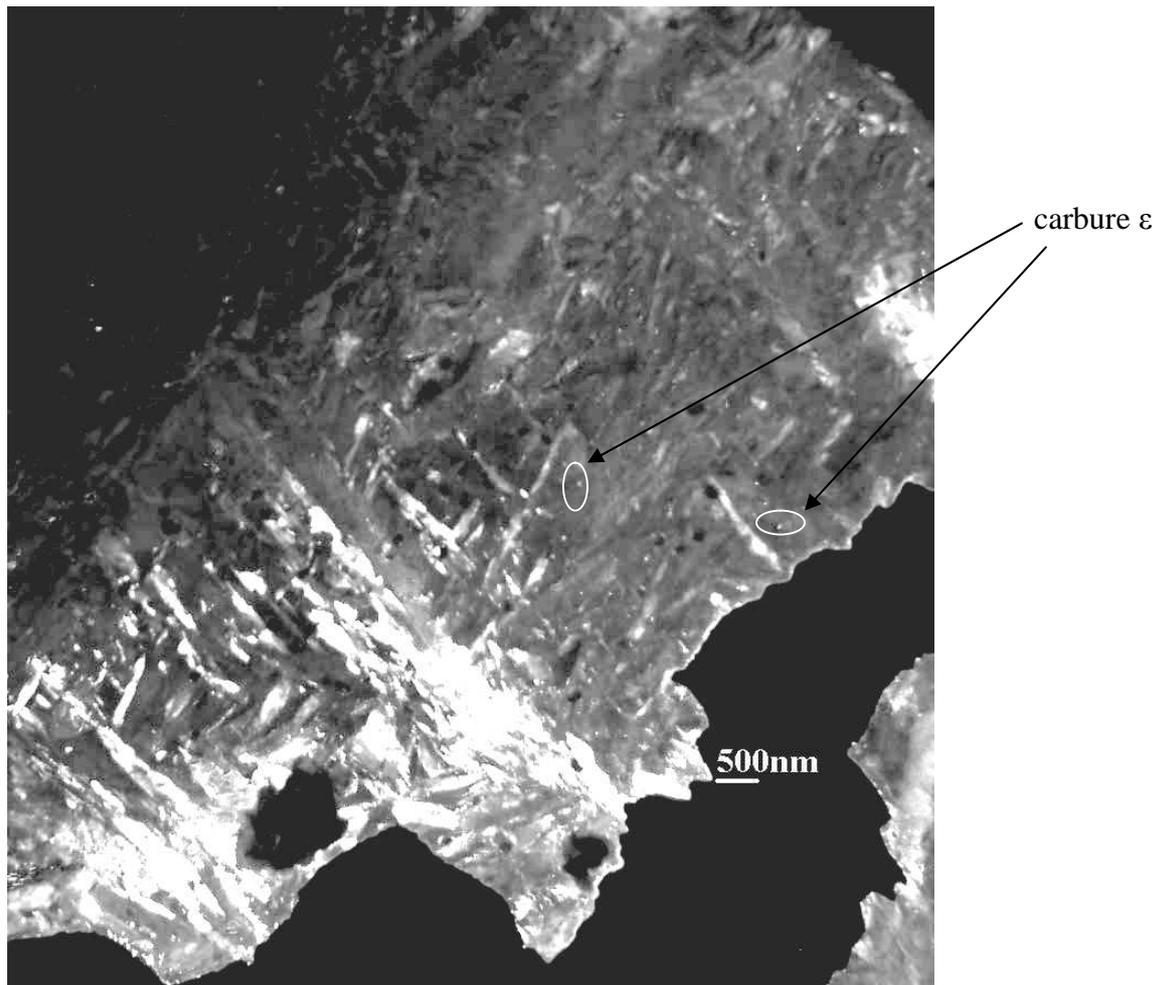


Photographie 3.26. Microstructure en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi du revenu à 300°C-100h (*carbure de type $(Fe, Mo)_6C$*) ; champ clair x11500



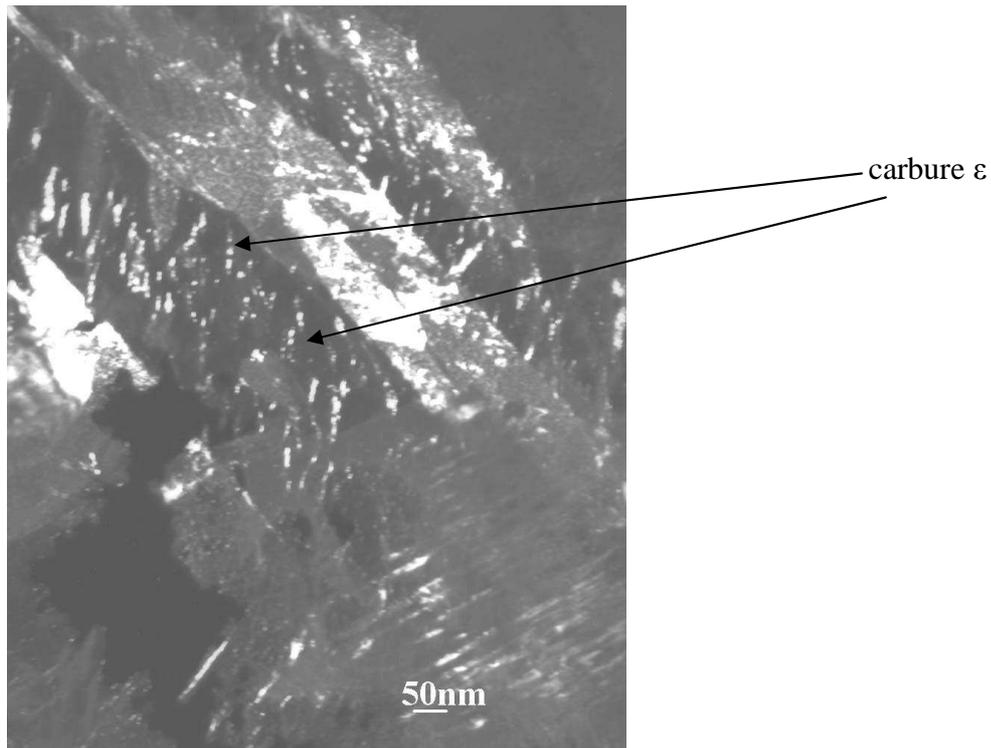
Photographie 3.27. Cliché de diffraction des électrons du **carbure de type $(Fe, Mo)_6C$** en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi du revenu à 300°C-100h obtenu suivant l'axe de zone [111]

L'observation au microscope électronique à transmission en champ sombre des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté et revenu à 300°C-100h montre la précipitation de fines particules de dimensions de l'ordre de 50nm (photographie 3.28, faite en champ sombre), réparties de façon homogène dans la microstructure, identifiées par la diffraction des électrons comme le carbure ϵ , ayant comme formule chimique $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$ et une structure hexagonale (groupe cristallographique P63/mmc ; paramètres de maille $a = 0,2752\text{nm}$, $c = 0,4353\text{nm}$ [3.9]).



Photographie 3.28. Microstructure en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi du revenu à 300°C-100h (*carbures ϵ*) ; champ sombre x3800

La photographie 3.29, faite en champ sombre, présentant la microstructure des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté après le traitement de revenu à 300°C-200h, permet d'observer la précipitation des carbures ϵ , qui ont une morphologie en hachures croisées (cross-hatched morphology), se qui est en accord avec la littérature [3.8].



Photographie 3.29. Microstructure en surface de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi du revenu à 300°C-200h (*carbures ϵ*) ; champ sombre x60000

Les résultats expérimentaux ont démontré la diminution importante de la distorsion c/a de la maille quadratique de la phase martensitique de l'acier 15NiMoCr10 cémenté après le traitement de revenu à 300°C. La microscopie électronique à transmission a permis de mettre en évidence la précipitation de carbure ϵ dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté et revenu à 300°C. Ces résultats peuvent être expliqués par l'effet du silicium, présent dans l'acier 15NiMoCr10, sur la décomposition de la structure martensitique avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C. La précipitation de carbure ϵ dans les couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté après le traitement de revenu à 300°C, observé au MET signifie, que le domaine de stabilité du carbure ϵ est élargi par la présence du silicium, ce qui est en concordance avec l'analyse bibliographique [3.2, 3.4, 3.8]. Cette stabilisation du carbure ϵ permet de retarder l'adoucissement et de maintenir le niveau élevé, de l'ordre de 650 à 750HV_{0,2}, de microdureté, sur une profondeur de 600 à 1100 μ m, des couches superficielles de l'acier 15NiMoCr10 cémenté et revenu à 300°C-100h.

► **En résumé**, le durcissement et la mise en contrainte de compression par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours de traitement thermochimique de cémentation de l'acier du type 15NiMoCr10, allié au silicium, conduit à une couche martensitique dont la microdureté est de l'ordre de 850HV_{0,2}, les contraintes résiduelles atteignent -350MPa et les profondeurs de diffusion de carbone sont de 1000 et 2000µm. La microstructure à cœur de cet acier est constitué de la phase martensitique en latte, au sein de laquelle sont repartis les carbures de type M₆C et M₂₃C₆ (où M = Fe, Mo). Après le revenu à 300°C les couches cémentées de l'acier 15NiMoCr10 évoluent (l'adoucissement de 150HV_{0,2} et la relaxation d'origine thermique des contraintes résiduelles ont lieu). Néanmoins, le niveau de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 cémenté reste élevé, de l'ordre de 650 à 750HV_{0,2}, sur une profondeur de 600 à 1100µm, après le traitement de revenu à 300°C-100h, ce qui s'explique par la précipitation du carbure ε dans la microstructure de cet acier.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 3

- [3.1] - G. Murry, Transformations dans les aciers, Technique de l'ingénieur, article M1115, vol. MD1, septembre 1998
- [3.2] – A. G. Allten, P. Payson, The effect of silicon on the tempering of martensite, Transactions ASM, vol. 45, 1953, pp. 498-525
- [3.3] – R. Bensimon, Les aciers alliés, Editeur - Paris, 1956, pp.35-41
- [3.4] – A. S. Kenneford, T. Williams, Effect of some common alloying elements on the breakdown of martensite in a 0,35% carbon steel, Journal of the iron and steel institute, vol. 185, 1957, pp.467-474
- [3.5] - M. S. Bhat, W. M. Garrison, V. F. Zackay, Relations between microstructure and mechanical properties in secondary hardening steels, Materials science and engineering, vol. 41, 1979, pp.1-15
- [3.6] – W. S. Owen, The effect of silicon on the kinetics of tempering, Transactions ASM, vol. 46, 1954, pp. 812-828
- [3.7] - C. J. Altstetter, M. Cohen, B. L. Averbach, Effect of silicon on the tempering of AlSi 43XX steels, Transactions ASM, vol. 55, 1962, pp. 287-300
- [3.8] – J. Godrine, I. Codd, The influence of silicon on the tempering characteristics of a spring steel, Journal of the iron and steel institute, vol. 207, 1969, pp.461-467
- [3.9] – P. Villars, L. D. Calvert, Pearson's handbook of crystallographic data for intermetallic phases, American society for metals, vol. 2, 1985, p.1520-1523
- [3.10] - J. Dulcy, M. Gantois, Progrès dans la connaissance des mécanismes de transfert appliqués aux traitements thermo-chimique. Critères de choix d'un traitement thermo-chimique, Partie 1, Traitement thermique, vol. 360, janvier – février 2005, pp. 25-31
- [3.11] – T. Turpin, Etude des transferts de matière et des transformations de phases au cours de la cémentation et phase gazeuse à la pression atmosphérique d'aciers inoxydables fortement alliés, thèse de l'INPL, Nancy, 2002

CHAPITRE 4

4. Conséquences mécaniques. Synthèse

4.1. Introduction

La démarche adoptée dans la thèse pour répondre aux objectifs d'obtenir un couple matériau – traitement superficiel en vue d'amélioration de la tenue en fatigue pour des pressions superficielles de 2,5GPa et jusqu'à des températures de l'ordre de 300°C, s'est appuyée sur l'étude des mécanismes de durcissement et de la mise en contraintes de compression suivants :

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la précipitation de nitrures de chrome nanométriques de type CrN au cours du traitement de nitruration (à 520°C) profonde des deux nuances d'aciers industriels 32CrMoV5 et 32CrMoV13;

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la transformation de phase de type martensitique obtenue au cours d'un traitement de carbonitruration avec un enrichissement en azote plus important que par une carbonitruration conventionnelle pour permettre la précipitation éventuelle de nitrures nanométriques au cours du revenu à 300°C des aciers faiblement alliés de type 27MnCr5 et 27CrMo4;

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement thermochimique de cémentation de l'acier 15NiMoCr10, allié au silicium permettant de retarder la décomposition de la phase martensitique avant 300°C.

La précipitation des nitrures de chrome nanométriques de type CrN au cours de traitement de nitruration à 520°C, ainsi que la transformation de phase de type martensitique au cours des traitements de carbonitruration avec un enrichissement en azote plus important par rapport à la carbonitruration conventionnelle et de cémentation, ont conduit à un niveau important de microdureté des couches superficielles des aciers étudiés, qui varie de 800 à 900HV_{0,2}. La nécessité de maintenir la stabilité thermique jusqu'à 300°C nous a conduit à l'étude des propriétés mécaniques (dureté et contraintes résiduelles) des aciers après le traitement de revenu à 300°C.

Ces caractéristiques des couches superficielles sont obtenues à la température ambiante et elles ne permettent pas de conclure sur le comportement mécanique des surfaces à la température de 300°C. Pour connaître les limites d'élasticité, il a paru indispensable de compléter les mesures de microdureté réalisées après le traitement de revenu à 300°C à la température ambiante par celles obtenues à la température d'emploi, c'est-à-dire à 300°C, lors des essais de microindentation à chaud réalisés en collaboration avec l'Office National

d'Études et Recherches Aéronautiques (ONERA) en utilisant l'appareil de microindentation conçu pour fonctionner jusqu'à 1000°C (l'appareil et le principe sont présentés en annexe 3).

Ainsi, le chapitre 4 présente l'analyse du comportement des aciers après les traitements thermochimiques suivi des traitements de revenu à 300°C, à la température d'emploi, c'est-à-dire à 300°C, comparé à celui obtenu à la température ambiante.

4.2. Résistance à la fatigue de contact des couches superficielles des aciers à la température de 300°C

Comportement des aciers après traitements thermochimiques à la température d'emploi (300°C)

Les essais de microindentation à chaud, réalisés à 300°C montrent, que les variations de microdureté de l'acier 32CrMoV13 sont faibles (d'ordre de 50HV_{0,2}) après traitement de nituration à 520°C-24h-Kn = 9 suivi du traitement de revenu à 300°C-192h comparées à des valeurs de microdureté obtenues à la température ambiante. La figure 4.1 présente la comparaison entre les profils de microdureté de l'acier 32CrMoV13 après traitement de nituration à 520°C-24h-Kn = 9 et après traitement le revenu à 300°C-192h (mesures effectuées à la température ambiante et à 300°C).

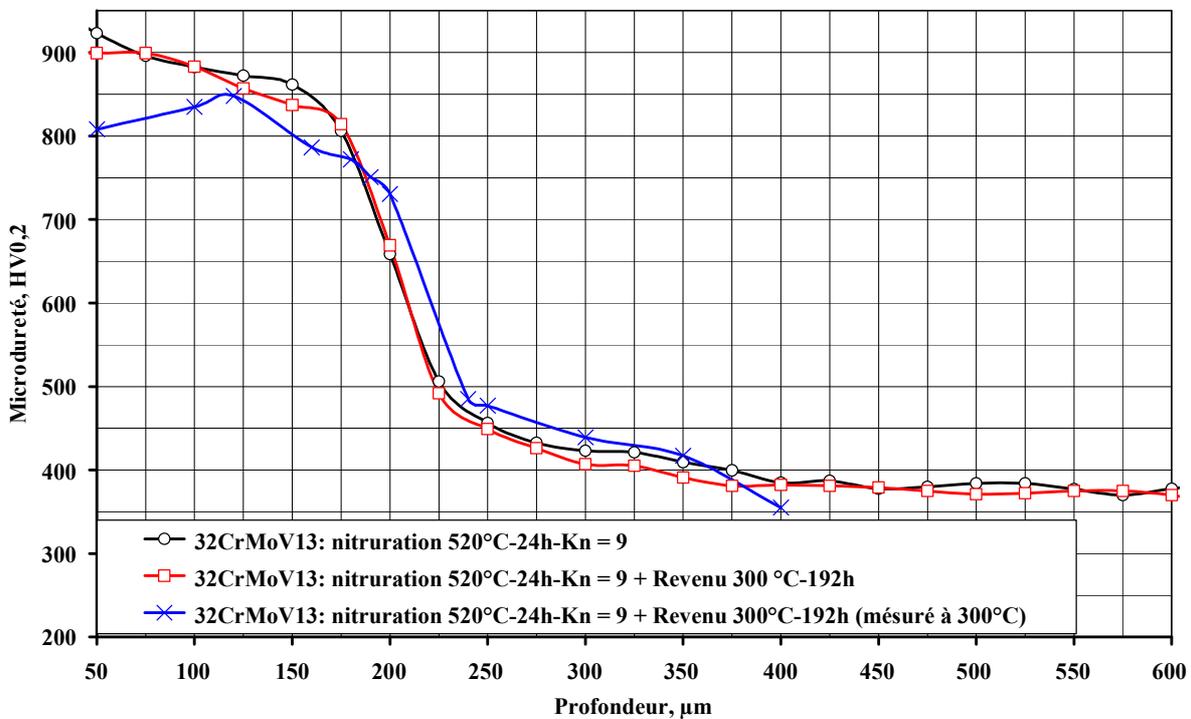


Figure 4.1. Profils de microdureté de l'acier 32CrMoV13 après traitement de nituration à 520°C-24h-Kn = 9 et après traitement le revenu à 300°C-336h (mesures effectuées à la température ambiante et à 300°C)

Les faibles différences des valeurs de microdureté mesurées à la température ambiante et à 300°C de la couche superficielle de l'acier 32CrMoV13 nitruré à 520°C-24h-Kn = 9 et revenu à 300°C-192h montrent que la limite d'élasticité de cette couche durcie superficiellement n'évolue pas jusqu'à 300°C. Les couches obtenues par nitruration profonde d'acier de type 32CrMoV13 auront la même résistance à la fatigue de contact à la température ambiante et à 300°C.

Le niveau de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi du traitement de revenu à 300°C-100h, mesuré à 300°C, diminue de 50 à 80HV_{0,2} (jusqu'à des valeurs de l'ordre de 600-650HV_{0,2} sur une profondeur de 600µm) par rapport à celui obtenu à la température ambiante. Les figures 4.2-4.3 présentent respectivement la comparaison entre :

- les profils de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans l'huile à 140°C et après traitement de revenu à 300°C-100h (mesures effectuées à la température ambiante et à 300°C) ;

- les profils de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans l'huile à 140°C puis du passage par le froid à -100°C et après traitement de revenu à 300°C-100h (mesures effectuées à la température ambiante et à 300°C).

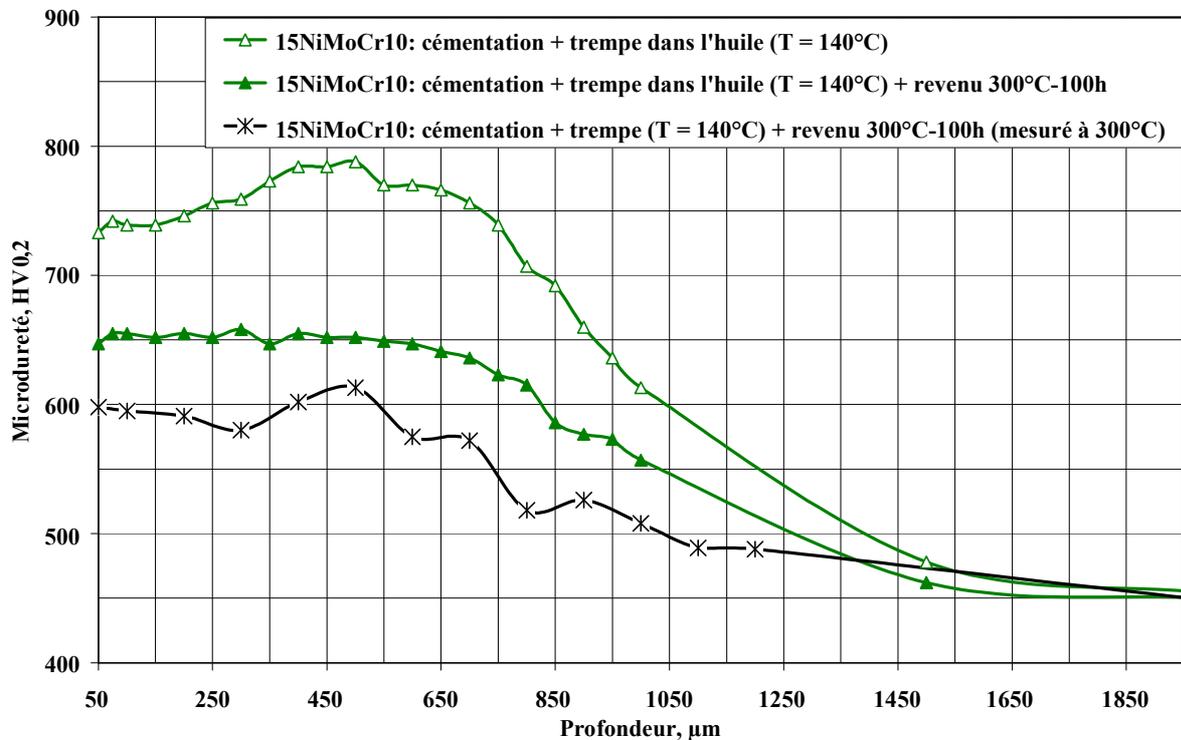


Figure 4.2. Profils de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans l'huile à 140°C et après traitement de revenu à 300°C-100h (mesures effectuées à la température ambiante et à 300°C)

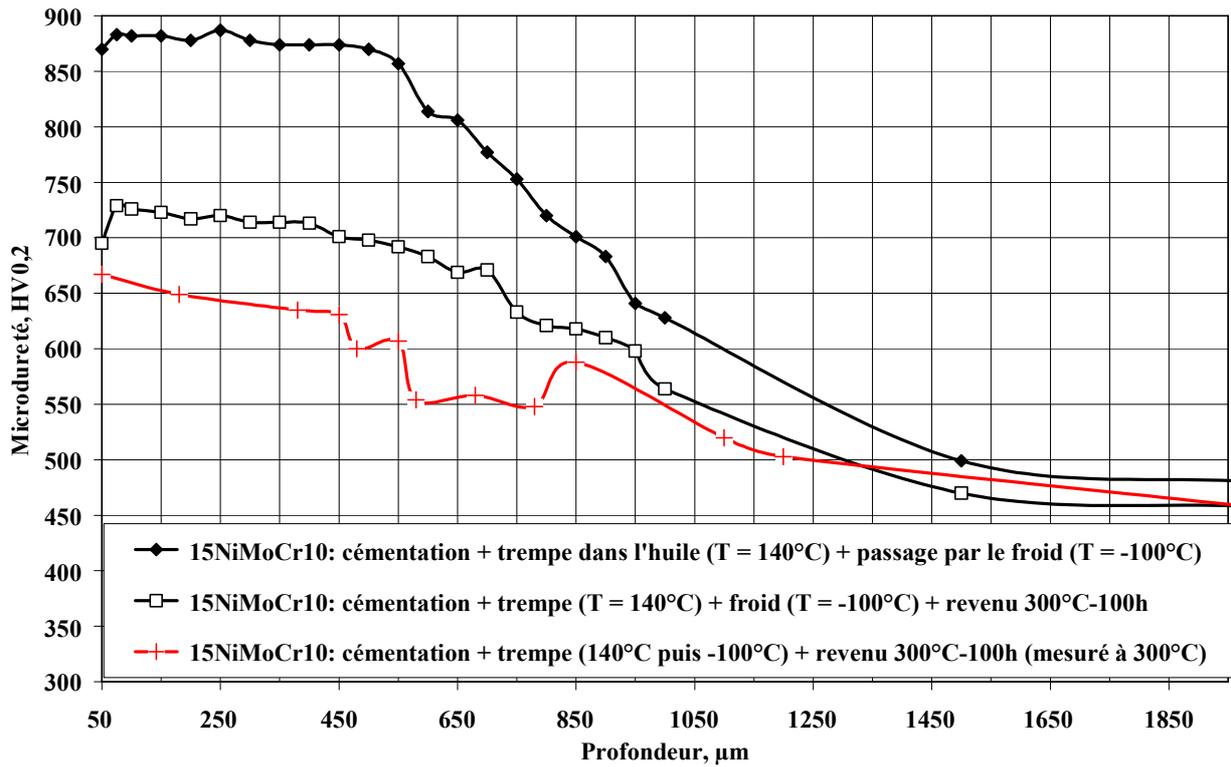


Figure 4.3. Profils de microdureté de l'acier 15NiMoCr10 après traitement de cémentation suivi de la trempe dans l'huile à 140°C puis du passage par le froid à -100°C et après traitement de revenu à 300°C-100h (mesures effectuées à la température ambiante et à 300°C)

La limite d'élasticité des couches cémentées et revenues à 300°C pendant 100h de l'acier 15NiMoCr10 diminue lorsque la température augmente jusqu'à 300°C. Cette diminution correspond à une chute de microdureté de l'ordre de 50 à 80HV_{0.2}.

Les mesures de microindention à 300°C n'ont pas été réalisées sur les aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés après le traitement de revenu à 300°C, puisque les couches carbonitrurées des deux aciers évoluent avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C. Le revenu à 300°C conduit, même à la température ambiante, à des duretés de surface des deux aciers trop faibles (figure 4.4). La figure 4.4 présente les profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après traitement de carbonituration suivi du passage par le froid à -100°C et après traitement le revenu à 300°C-100h (mesures effectuées à la température ambiante).

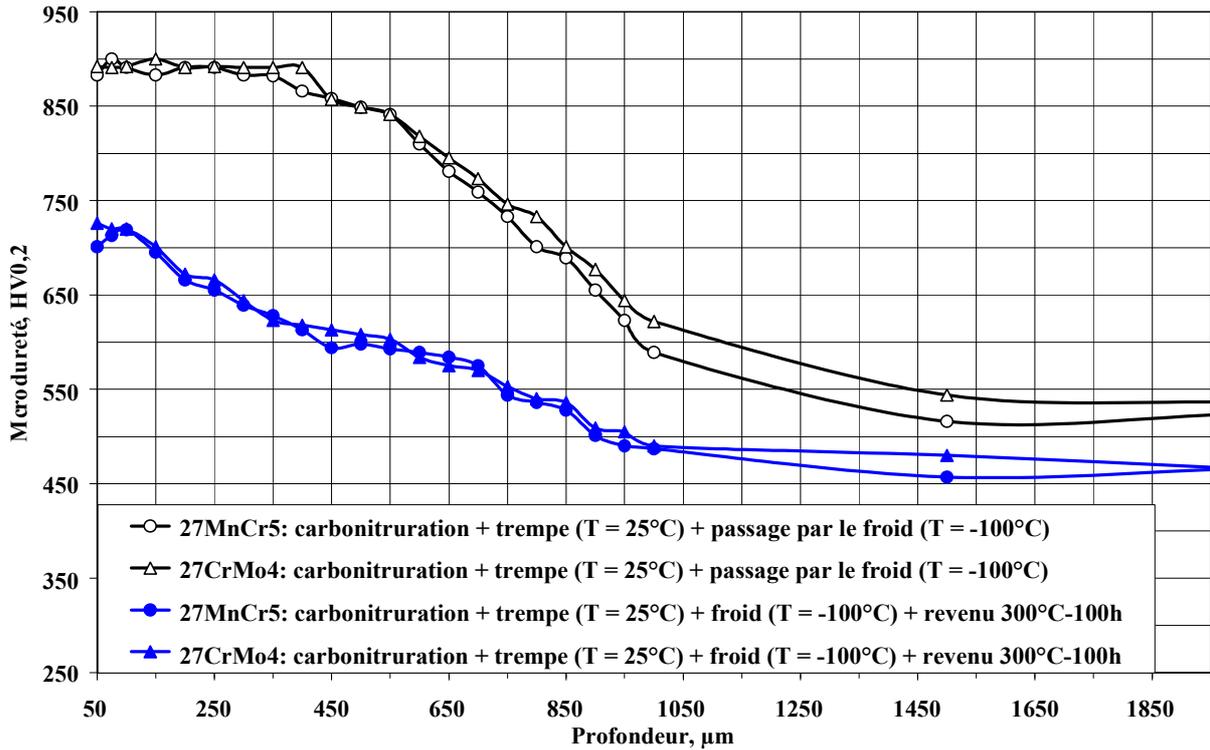


Figure 4.4. Profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 après traitement de carbonituration profonde suivi du passage par le froid à -100°C et après traitement le revenu à 300°C-100h (mesures effectuées à la température ambiante)

La microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés subit une chute de 150HV_{0,2} après traitement de revenu à 300°C pour atteindre les valeurs de l'ordre de 650 à 725HV_{0,2} sur une profondeur de 300µm de la surface. Cette profondeur correspond au gradient de fraction massique d'azote dans les deux aciers après le traitement de carbonituration profonde. Au-delà de 300µm les profils de microdureté des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés et revenus à 300°C décroissent rapidement jusqu'au cœur des pièces.

Résistance à la fatigue de contact des couches superficielles des aciers à la température de 300°C

Les valeurs de microdureté HV des aciers 32CrMoV13 et 15NiMoCr10 obtenues après les traitements thermo-chimiques de nitruration et de cémentation suivi du traitement de revenu à 300°C peuvent être corrélés avec des caractéristiques mécaniques du matériau, comme la limite d'élasticité σ_e (paragraphe 1.2.3 du chapitre 1):

$$HV = 3 * \sigma_e$$

où σ_e est la limite d'élasticité du matériau (MPa) ;
HV est la dureté Vickers du matériau (MPa).

Il est nécessaire de préciser que cette formule n'est valable que pour un matériau isotrope ne possédant pas de texture cristallographique [4.1].

La corrélation entre la limite d'élasticité et la dureté permet de savoir à l'aide des critères existants (critère de Tresca) si le matériau choisi peut résister aux sollicitations appliquées et répond aux exigences de cette étude.

Le critère de Tresca, qui fait intervenir la contrainte de cisaillement maximale τ_{\max} , permet de définir un état limite, à partir duquel, le matériau résiste aux sollicitations appliquées. D'après ce critère, la contrainte de cisaillement maximale τ_{\max} ne doit pas dépasser un seuil égal à la moitié de la limite d'élasticité du matériau σ_e (MPa) pour résister à des sollicitations [4.1]:

$$\tau_{\max} \leq \frac{\sigma_e}{2} \quad (2)$$

Pour des pressions superficielles de 2,5GPa à des niveaux des températures de l'ordre de 300°C la contrainte de cisaillement maximale τ_{\max} est de 750MPa (paragraphe 1.2.2 du chapitre 1) :

$$\tau_{\max} = 0,3 * p = 0,3 * 2,5GPa = 750MPa$$

où p est la pression de contact [4.2].

Pour effectuer les calculs de la limite d'élasticité et définir à l'aide du critère de Tresca, si le matériau résiste à des pressions de contact de 2,5GPa, nous prenons les valeurs maximales de microdureté des aciers 32CrMoV13 nitruré et 15NiMoCr10 cémenté obtenues au cours des essais de microindentation à 300°C :

- Dans le cas de l'acier 32CrMoV13 nitruré à 520°C-24h-Kn = 9 suivi du traitement de revenu à 300°C-192h, la valeur maximale de microdureté obtenue à 300°C est de l'ordre de 850HV_{0,2} (850*10⁷Pa) jusqu'à 150µm sous la surface.

Il est nécessaire d'ajouter, que si la zone d'existence de la contrainte maximale de cisaillement se déplace vers le cœur du matériau (dans le cadre de notre travail les pièces sont

soumises à des conditions de fonctionnement sévères), les profondeurs efficaces plus grandes peuvent être réalisées dans les couches superficielles de l'acier 32CrMoV13 en augmentant le temps de traitement de nitruration à 520°C (le temps de traitement supérieur à 100h est nécessaire pour obtenir une profondeur efficace de 1mm).

Pour la valeur de microdureté maximale de 850HV_{0,2} (850*10⁷Pa) la limite d'élasticité est de l'ordre de 2830MPa et le critère de Tresca montre, que la contrainte de cisaillement maximale ne dépasse pas le seuil égal à la moitié de la limite d'élasticité du matériau (avec le rapport (σ_e/2)/τ_{max} de 1,89) :

$$\tau_{\max} \leq \frac{\sigma_e}{2} \Rightarrow 750MPa < \frac{2830MPa}{2} = 1415MPa$$

- Dans le cas de l'acier 15NiMoCr10 cémenté et trempé dans l'huile à 140°C suivi du traitement de revenu à 300°C-100h la valeur maximale de microdureté obtenue à 300°C est de l'ordre de 600HV_{0,2} (600*10⁷Pa) jusqu'à 600μm sous la surface ; elle est de l'ordre de 650HV_{0,2} (650*10⁷Pa) jusqu'à 500μm sous la surface dans le cas de l'acier 15NiMoCr10 cémenté, trempé dans l'huile à 140°C suivi du passage par le froid à -100°C puis du traitement de revenu à 300°C-100h.

Dans ces conditions les limites d'élasticité sont de l'ordre de 2000 et 2170MPa respectivement et le critère de Tresca montre, que la contrainte de cisaillement maximale ne dépasse pas le seuil égal à la moitié de la limite d'élasticité du matériau (avec les rapports (σ_e/2)/τ_{max} de 1,33 et 1,45) :

15NiMoCr10 cémenté et trempé dans l'huile à 140°C suivi du revenu à 300°C-100h	→	$\tau_{\max} \leq \frac{\sigma_e}{2} \Rightarrow 750MPa < \frac{2000MPa}{2} = 1000MPa$
15NiMoCr10 cémenté, trempé dans l'huile à 140°C suivi du passage par le froid à -100°C puis du revenu à 300°C-100h	→	$\tau_{\max} \leq \frac{\sigma_e}{2} \Rightarrow 750MPa < \frac{2170MPa}{2} = 1085MPa$

- Pour les aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés les calculs n'ont pas été réalisés, puisque les propriétés des couches carbonitrurées des deux aciers évoluent rapidement avec

l'augmentation de la température jusqu'à 300°C. Le revenu à 300°C conduit, même à la température ambiante, à des duretés de surface des deux aciers trop faibles. En conséquence, le durcissement des couches carbonitrurées des deux aciers n'est pas suffisant pour satisfaire le critère de Tresca et pour résister à des pressions de contact de 2,5GPa avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C. En revanche, ce traitement mérite d'être retenu pour la résolution de problèmes des pièces métalliques, qui sont soumises à des pressions de contact inférieures à 2,5GPa, en particulier à la température ambiante.

Le tableau 4.1 représente un récapitulatif des valeurs maximales de microdureté des aciers 32CrMoV13 et 15NiMoCr10 obtenues au cours des essais de microindentation à 300°C après les traitements thermochimiques de nitruration et de cémentation suivis des revenus à 300°C, des limites d'élasticité σ_e , associées à ces valeurs de la microdureté, des critères de Tresca et les rapports $(\sigma_e/2)/\tau_{\max}$ (pression de contact de 2,5GPa, cas de roulement pur).

Tableau 4.1. Valeurs maximales de la microdureté après le revenu à 300°C (mesurées à 300°C), des limites d'élasticité σ_e , des critères de Tresca et des rapports $(\sigma_e/2)/\tau_{\max}$ (pression de contact de 2,5GPa, cas de roulement pur)

Traitement	Nuance d'acier	Microdureté maximale, mesurée à 300°C, MPa	Limites d'élasticité σ_e , MPa (HV = 3* σ_e [1])	Critère de Tresca $\tau_{\max} \leq \sigma_e/2$ [1] ($\tau_{\max} = 0,3*2,5\text{GPa} = 750\text{MPa}$)	Rapport $(\sigma_e/2)/\tau_{\max}$
Nitruration à 520°C suivi du revenu à 300°C	32CrMoV13	8500	2830	$750 \leq 2830/2 = 1415$	1,89
Cémentation suivi de la trempe dans l'huile à 140°C puis du revenu à 300°C	15NiMoCr10	6000	2000	$750 \leq 2000/2 = 1000$	1,33
Cémentation suivi de la trempe dans l'huile à 140°C puis du passage par le froid à -100°C et du revenu à 300°C	15NiMoCr10	6500	2170	$750 \leq 2170/2 = 1085$	1,45

Les calculs effectués à l'aide du critère de Tresca montrent, que la contrainte de cisaillement maximale ne dépasse pas le seuil égal à la moitié de la limite d'élasticité pour l'acier 32CrMoV13 nitruré à 520°C-24h-Kn = 9 après le traitement de revenu à 300°C-192h. Donc, les aciers alliés au chrome du type 32CrMoV13 nitrurés à 520°C-24h-Kn = 9 peuvent résister à des pressions de contact de 2,5GPa jusqu'à la température élevée de 300°C avec le rapport $(\sigma_c/2)/\tau_{\max}$ de 1,89.

Les calculs réalisés pour l'acier 15NiMoCr10 cémenté et revenu à 300°C-100h à partir de la théorie de Hertz et en appliquant le critère de Tresca indiquent, que la contrainte de cisaillement maximale ne dépasse pas le seuil égal à la moitié de la limite d'élasticité. En revanche, les limites élastiques et les rapports $(\sigma_c/2)/\tau_{\max}$ dans ces conditions sont inférieurs à celui de l'acier 32CrMoV13 nitruré : ils sont de 2170 et 2000MPa contre 2830MPa et de 1,33 et de 1,45 contre 1,89 dans le cas de l'acier 32CrMoV13. Ces valeurs ne permettent pas de garantir une endurance suffisante de l'acier 15NiMoCr10 cémenté avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C sans qu'il soit procédé à des essais mécaniques en conditions réelles. Cet acier et le traitement de cémentation associé présentent toutefois un potentiel de caractéristiques qui justifie la mise en œuvre de ces essais.

► **En résumé**, les résultats expérimentaux montrent, que le durcissement par la transformation de phase de type martensitique, obtenue au cours d'un traitement de carbonituration avec un enrichissement en azote plus important que par une carbonituration conventionnelle, pour permettre la précipitation de nitrures nanométriques au cours de revenu à 300°C d'aciers faiblement alliés de type 27MnCr5 et 27CrMo4 ne permet pas d'atteindre les objectifs. En effet, le revenu à 300°C conduit, même à la température ambiante, à des duretés de surface des deux aciers trop faibles. Le durcissement des couches carbonitrurées des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 n'est pas suffisant pour satisfaire le critère de Tresca et pour résister à des pressions de contact de 2,5GPa avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C. En revanche, ce traitement mérite d'être retenu pour la résolution de problèmes des pièces métalliques, qui sont soumises à des pressions de contact inférieures à 2,5GPa, en particulier à la température ambiante.

Les essais de microindentation à chaud à la température de 300°C montrent que la limite d'élasticité de la couche nitrurée de l'acier 32CrMoV13 est identique à celle mesurée à la température ambiante. Les couches obtenues par nitruration profonde d'acier de type 32CrMoV13 auront la même résistance à la fatigue de contact à la température ambiante et à 300°C. Les calculs effectués à partir de la théorie de Hertz et l'application du critère de

Tresca montrent que les aciers alliés au chrome du type 32CrMoV13 nitrurés à 520°C-24h-Kn = 9 peuvent résister à des pressions de contact de 2,5GPa jusqu'à la température élevée de 300°C.

Les mesures de microdureté à 300°C des couches cémentées de l'acier 15NiMoCr10, allié au silicium, complétées par les calculs effectués à l'aide du critère de Tresca, montrent que la limite d'élasticité des couches est réduite à une valeur qui ne permet pas de garantir une endurance suffisante de l'acier 15NiMoCr10 cémenté avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C sans qu'il soit procédé à des essais mécaniques en conditions réelles. Cet acier et le traitement de cémentation associé présentent toutefois un potentiel de caractéristiques qui justifie la mise en œuvre de ces essais.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 4

[4.1] - L. Flamand, Fatigue des surfaces, Techniques de l'ingénieur, article B5055, vol.BD1, février 1993

[4.2] - D. François, A. Pineau, A. Zaoui, Comportement mécanique des matériaux, Hermès, Paris, 1993, pp. 400-450

***CONCLUSION
GENERALE***

CONCLUSION GENERALE

La recherche de surfaces susceptibles de résister en roulement – glissement à des pressions de contact de 2,5GPa jusqu'à des niveaux de température de 300°C nous a conduit à explorer trois possibilités répondant aux critères mécaniques : une dureté superficielle de l'ordre de 690-750HV_{0,2} associée à des contraintes de compression dans une couche d'épaisseur comprise entre 0,6 et 1mm.

Ces trois possibilités sont issues des traitements thermochimiques et des mécanismes de durcissement et de la mise en contraintes de compression associés à ces traitements susceptibles d'être mis en œuvre sur des aciers de composition adaptée :

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la précipitation de nitrures nanométriques au cours du traitement thermochimique de nitruration profonde en phase ferritique d'aciers alliés au chrome à hautes caractéristiques mécaniques du type 32CrMoV13 ;

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la transformation de phase de type martensitique, obtenue au cours d'un traitement de carbonitruration avec un enrichissement en azote plus important que par une carbonitruration conventionnelle, pour permettre la précipitation éventuelle de nitrures nanométriques au cours du revenu à 300°C d'aciers faiblement alliés du type 27MnCr5 et 27CrMo4;

- Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'un traitement thermochimique de cémentation d'acier allié au silicium retardant la décomposition de la martensite avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C.

► Nous avons montré que le durcissement et la mise en contraintes de compression associant, la transformation de phase de type martensitique obtenue au cours d'un traitement de carbonitruration avec un enrichissement en azote plus important que par une carbonitruration conventionnelle, à la précipitation de nitrures nanométriques au cours du revenu à 300°C d'aciers faiblement alliés du type 27MnCr5 et 27CrMo4 ne permet pas d'atteindre les objectifs de l'étude. Les résultats expérimentaux montrent, que les couches carbonitrurées des aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 évoluent avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C.

En effet, la décomposition de la martensite et de l'austénite résiduelle à 300°C s'accompagne de la précipitation des nitrures de fer de type γ' -Fe₄N, dont le faible effet durcissant ne compense pas l'adoucissement de la martensite. Les nitrures de chrome de type CrN, précipités pendant l'enrichissement en phase austénitique, n'ont pas d'effet durcissant et

le chrome n'est donc plus disponible pour la précipitation des nitrures CrN nanométriques dans les aciers 27MnCr5 et 27CrMo4 carbonitrurés au cours du revenu à 300°C. Le revenu à 300°C conduit, même à la température ambiante, à des duretés de surface trop faibles et à la disparition du champ de contraintes de compression.

► Le durcissement et la mise en contraintes de compression par la précipitation de nitrures nanométriques des aciers alliés au chrome de type 32CrMoV13 au cours du traitement thermochimique de nitruration profonde à 520°C réalisé sur un acier trempé et revenu (structure bainitique) dans une atmosphère d'ammoniac correspondant à un potentiel $K_n = 9$ conduit à des duretés superficielles supérieures à 850HV_{0,2} et des contraintes de compression de l'ordre de -500MPa. Le durcissement et les contraintes de compression sont dus aux précipités nanométriques semi-cohérents isomorphes du nitrure de chrome CrN mais contenant en substitution au chrome, d'autres éléments métalliques, en particulier jusqu'à 30%at. du fer.

Nous avons montré que ces précipités et les modes de durcissement associés n'évoluent pas jusqu'à 300°C. La microdureté est stable après le traitement de revenu à 300°C-336h. La limite d'élasticité de la couche durcie de l'acier de type 32CrMoV13 mesurée par microindentation à chaud à la température de 300°C est identique à celle mesurée à la température ambiante et elle répond donc aux critères mécaniques recherchés.

Le traitement de nitruration profonde à 520°C des aciers alliés au chrome de type 32CrMoV13 est donc une solution satisfaisante pour répondre aux objectifs de l'étude mais qui nécessite un traitement thermochimique de longue durée.

► Le durcissement et la mise en contrainte de compression par trempe martensitique après l'enrichissement en carbone au cours de traitement thermochimique de cémentation, que nous avons mis au point, de l'acier du type 15NiMoCr10, allié au silicium, conduit à une couche martensitique dont la microdureté est de l'ordre de 850HV_{0,2}, les contraintes résiduelles atteignent -350MPa et la profondeur de diffusion de carbone est de 1mm. La microstructure à cœur de cet acier est constituée de la phase martensitique en latte, au sein de laquelle sont repartis les carbures de type M₆C et M₂₃C₆ (où M = Fe, Mo).

La microdureté et les contraintes de compression de la couche cémentée de l'acier 15NiMoCr10 sont, à la température ambiante compatibles avec les critères mécaniques recherchés.

Après le traitement de revenu à 300°C, l'adoucissement de la couche cémentée et la réduction des contraintes résiduelles de compression conduisent à des caractéristiques mécaniques encore acceptables pour une utilisation à la température ambiante.

Malheureusement les mesures de microindentation à chaud réalisées à 300°C montrent que la limite d'élasticité de la couche cémentée et revenue est réduite à une valeur qui ne permet pas de garantir une endurance suffisante de la surface de l'acier 15NiMoCr10 cémenté avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C sans qu'il soit procédé à des essais mécaniques en conditions réelles. Cet acier et le traitement de cémentation associé présentent toutefois un potentiel de caractéristiques qui justifie la mise en œuvre de ces essais.

ANNEXES

ANNEXE 1

Détermination de microdureté à chaud

La nécessité de connaître les propriétés des matériaux aux températures mêmes d'emploi est à l'origine du développement des essais de dureté à chaud. L'Office National d'Etudes et Recherches Aérospatiales (ONERA) dispose de l'appareil de microindentation instrumentée conçu pour fonctionner jusqu'à 1000°C.

L'appareil de microindentation instrumentée est présenté sur la figure A1.1. Le principe de la microindentation instrumentée consiste à mesurer en continu l'effort exercé sur l'échantillon en fonction du déplacement d'un indenteur normalement à la surface de l'échantillon en utilisant une platine piézoélectrique asservie (axe Z' sur la figure A1.1) [A1.1]. Ces informations permettent d'extraire la dureté, qui est obtenue à partir du rapport de la force appliquée F sur la surface de l'empreinte. Pour une géométrie d'indenteur Vickers (pyramide à base carrée, les faces opposées faisant entre elles un angle θ de 136°), la dureté s'exprime par :

$$HV = \frac{F}{S} = \frac{2 * F * \sin(\theta / 2)}{D^2}$$

où S est la surface de contact et D la diagonale de l'empreinte.

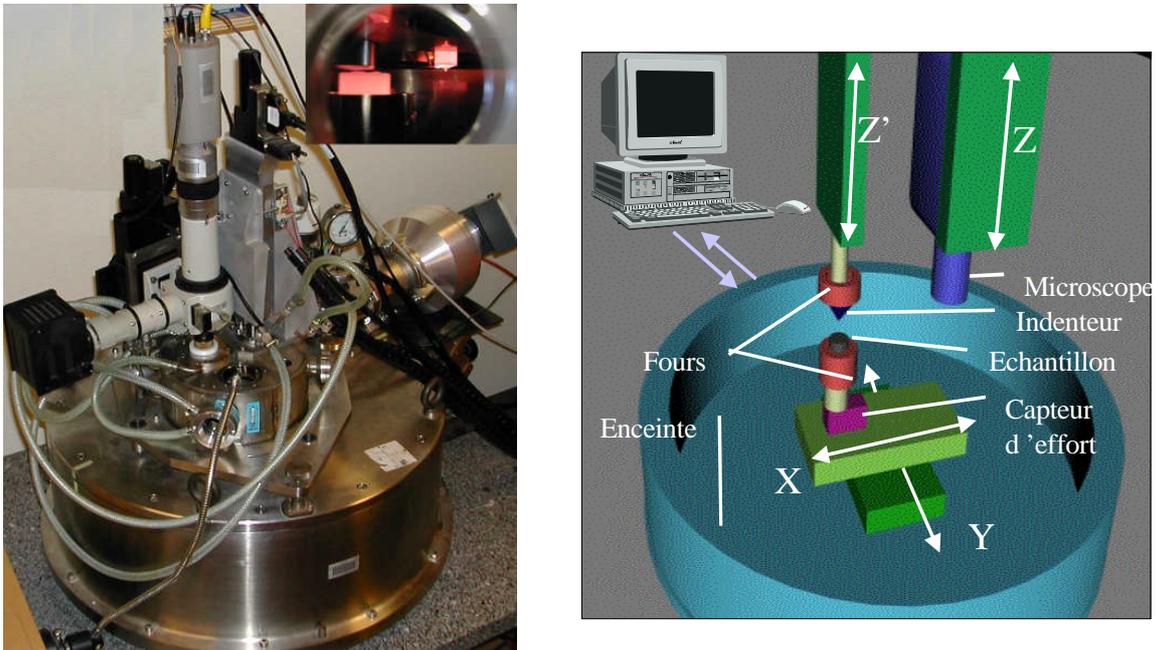


Figure A1.1. Appareil d'indentation instrumentée pour essais jusqu'à 1000°C [A1.1]

L'appareil de microindentation instrumentée est constitué d'une enceinte hermétique, fonctionnant sous atmosphère contrôlée d'argon afin de limiter l'oxydation des matériaux à tester et de l'indenteur. Deux tables de déplacement à vis sans fin (axes X et Y) d'une résolution inférieure au micromètre peuvent déplacer l'ensemble constitué du capteur d'effort, du porte-échantillon et de l'échantillon sous l'indenteur ou sous le microscope. Elles sont disposées à l'intérieur de l'enceinte, ainsi que les fours résistifs contenant l'indenteur et l'échantillon. Les fours sont régulés séparément à $\pm 2^\circ\text{C}$ au maximum de la température de consigne et ils peuvent chauffer l'indenteur et l'échantillon jusqu'à 1000°C . Les dimensions typiques de l'échantillon sont de $10\text{mm} \times 4\text{mm} \times 5\text{mm}$. L'enceinte, les tables de déplacement, les capteurs sont refroidis par circulation d'eau. L'enceinte est dotée d'une pompe sèche et d'une pompe turbomoléculaire pour réaliser un vide primaire puis poussé ($5 \times 10^{-2}\text{Pa}$) [A1.2].

Un microscope optique équipé d'un objectif x40, d'un zoom et d'une camera permet de visualiser la surface de l'échantillon pour déterminer avec précision les endroits où les essais seront réalisés et pour observer et mesurer les empreintes effectuées à la température de l'essai. Ce dispositif est fixé sur une platine de translation motorisée selon l'axe Z pour réaliser la mise au point sur la surface.

L'effort est mesuré par des capteurs à jauge de contrainte de faible étendue de mesure. L'effort maximal, qui peut être appliqué, est de 4N.

Un ordinateur équipe le moyen d'essai et assure la gestion de chaque instrument. Les platines de translation motorisées (axes X, Y, Z, Z') et les mouvements de translation piézoélectrique sont interfacés par une liaison série alors que les signaux d'effort et de déplacement sont collectés sur une carte d'acquisition commerciale [A1.1-A1.2].

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE L'ANNEXE 1

[A1.1] – B. Passilly, R. Mévrel, Microindentation instrumentée de 20 à 900°C sur matériaux constructifs de barrières thermiques, *Matériaux&Techniques*, vol. 93, 2005, pp. 1-12

[A1.2] – B. Passilly, P. Kanoute, F.-H. Leroy, R. Mévrel, High temperature instrumented microindentation. Applications to thermal barrier coating constituent materials, *Philosophical Magazine A*, 2006, pp. 1-11

ANNEXE 2

Détermination de la proportion d'austénite résiduelle

Parmi les techniques de la détermination du pourcentage en austénite résiduelle γ_R disponibles les plus utilisées figure la diffraction des rayons X. La méthode par diffraction des rayons X nécessite des préparations et des mesures multiples d'un même échantillon à des profondeurs différentes pour obtenir le gradient de γ_R , mais elle a une précision excellente et elle permet de mesurer l'austénite même quand celle-ci est distribuée d'une manière non détectable par métallographie [A2.1].

L'intensité d'un pic diffracté relatif aux plans d'indices (hkl) d'une phase ϕ est [A2.2]:

$$I_{hkl} = \frac{k \cdot F_{hkl}^2 \cdot p_{hkl} \cdot D(\theta) \cdot LP(\theta) \cdot A(\theta) \cdot C_\phi}{v_m^2} \quad (A2.1)$$

où

k – constante indépendante de la nature et de la quantité de la phase présente ;

v_m – volume de la maille élémentaire de la phase considérée ;

$F_{hkl}(q) = n \cdot f$ = facteur de structure, où n est le nombre d'atome par maille élémentaire et f le facteur de diffusion atomique.

Le facteur de structure prend en compte tous les atomes de la maille élémentaire. C'est la somme de toutes les ondes diffusées par chaque atome de la maille.

$$F_{hkl} = f_1 e^{2\pi i(hu_1 + kv_1 + lw_1)} + f_2 e^{2\pi i(hu_2 + kv_2 + lw_2)} + \dots \quad (A2.2)$$

ou

$$F_{hkl} = \sum_1^n f_n e^{2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)} \quad (A2.3)$$

Si les atomes de la maille sont identiques $f_n = f(\theta)$;

u_n, v_n et w_n sont les coordonnées des atomes dans la maille.

* Maille cubique centrée : 2 atomes par maille ayant coordonnées (000) et $\left(\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}\right)$

$$F = f e^{2\pi i(0)} + f e^{2\pi i\left(\frac{h}{2} + \frac{k}{2} + \frac{l}{2}\right)} \quad (A2.4)$$

donc $F = 2f$ quand (h+k+l) est paire et $F = 0$ quand (h+k+l) est impaire.

* Maille cubique à faces centrées : 4 atomes par maille de coordonnées (000),
 $\left(\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0\right)$, $\left(\frac{1}{2} 0 \frac{1}{2}\right)$ et $\left(0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}\right)$

donc $F = 4f$ lorsque hkl sont de même parité et

$F = 0$ lorsque hkl sont de parité différente.

La valeur f prend en compte le fait que les électrons étant distribués autour du noyau, il existe des différences de marche entre les diverses ondes diffusées par ces électrons. Cette différence de marche qui est nulle lorsque l'angle de diffraction θ est égal à zéro, augmente lorsque θ augmente et lorsque λ (longueur d'onde du faisceau incident) diminue.

$f = (\text{amplitude de l'onde diffusée par un atome}) / (\text{amplitude de l'onde diffusée par un électron}) = g(\theta, \lambda)$

f est généralement donnée en fonction de $\frac{\sin \theta}{\lambda}$. Les valeurs données dans les différentes tables ne s'appliquent que lorsque la longueur d'onde de l'onde incidente X est beaucoup plus courte que le seuil d'absorption de l'atome diffusant. Pour $\lambda_{k\alpha}$ du cobalt onde incidente et le fer l'atome diffusant f doit être corrigé. Si $f_0 =$ facteur de diffusion atomique pour λ incidente très petite devant λ du seuil d'absorption alors :

$$f = f_0(\theta) + \Delta f \quad (\text{A2.5})$$

pour le fer $f(\theta) = f_0(\theta) - 3.96$ [A2.3]

$f_0(\theta)$ est donnée dans la référence [A2.4].

p_{hkl} – facteur de multiplicité. C'est une mesure de la proportion relative des plans contribuant à la même réflexion. Il est le nombre de familles (hkl) qui participent simultanément à la diffraction. D'une manière générale pour les structures cubiques :

Tableau A2.1. Facteurs de multiplicité

Familles de plans diffractant	Facteur de multiplicité p_{hkl}
h00	6
hh0	12
hhh	8
hk0	24
hkh	24
hkl	48

$D(\theta)$ – facteur de température.

Il prend en compte le fait que les atomes ne sont pas situés en des points fixes mais vibrent avec une amplitude qui est la fonction de la température. Les plans réticulaires ne sont plus des plans mathématiques, mais ont une certaine épaisseur. Donc le renforcement des ondes diffusées à un angle de Bragg donné par différents plans parallèles n'est plus aussi parfaite que pour un cristal à atomes fixes, d'où une diminution de l'intensité de l'onde diffractée.

$$D(\theta) = e^{-2M} \quad (\text{A2.6})$$

$$\text{avec } M = 8\pi^2 \overline{\Delta u}^2 \left(\frac{\sin \theta}{\lambda} \right)^2 \quad (\text{A2.7})$$

où $\overline{\Delta u}^2$ est le déplacement moyen d'un atome par rapport à sa position moyenne.

$$\text{Egalement } M = \frac{6h^2 T}{mk\Theta^2} \left[\Phi(x) + \frac{x}{4} \right] \cdot \left(\frac{\sin \theta}{\lambda} \right)^2 \quad (\text{A2.8})$$

où

h – constante de Planck ;

T – température de travail ;

m – masse de l'atome vibrant ;

k – constante de Boltzman ;

Θ – température de Debye ;

$$x = \frac{\Theta}{T} ;$$

Φ(x) – fonction.

Pour le fer : masse atomique A = 55,847 ; Θ = 430 K ; température de mesure ambiante T = 293 K ; $x = \frac{\Theta}{T} = 1,468$; Φ(1,468) = 0,691 ; longueur d'onde incidente $\lambda_{\text{k}\alpha}$ du cobalt = 1,7902 Å ; M = 0,0708665 sin²θ.

$$\text{Donc, } D(\theta) = e^{0,142} \sin^2 \theta \quad (\text{A2.9})$$

LP(θ) - facteur de polarisation et de Lorentz.

$$LP(\theta) = \frac{1 + \cos^2(2\alpha) \cdot \cos^2(2\theta)}{\sin^2 \theta \cdot \cos \theta} \quad (\text{A2.10})$$

où

θ – angle de Bragg ;

2α – angle de diffraction dans le monochromateur.

Le facteur de polarisation prend en compte le fait qu'un électron diffuse les rayons X dans toutes les directions, mais l'intensité du faisceau diffracté dépend de l'angle de diffraction (plus grand est l'angle moins est intense le faisceau). Le facteur de Lorentz prend en compte le fait que le faisceau incident n'est jamais parallèle ou monochromatique et qu'un spécimen réel est composé de plusieurs cristaux, ainsi pour chaque famille de plans en position exacte de diffraction, il y a d'autres plans qui ne diffèrent que par un angle très petit.

$A = \frac{1}{2\mu_m}$ - facteur d'absorption où μ_m est le coefficient d'absorption linéaire du mélange de phases présentes.

C_ϕ – fraction volumique de la phase ϕ considérée.

On réécrit l'équation (A2.1) sous la forme suivante :

$$I_{hkl} = \frac{k \cdot R_{hkl} \cdot C_\phi}{2\mu} \quad (\text{A2.11})$$

où

$R_{hkl} = \left(\frac{1}{v_m^2} \right) \cdot F_{hkl}^2 \cdot p_{hkl} \cdot D(\theta) \cdot LP(\theta)$, est une fonction de θ de (hkl), et de la nature de la phase.

Désignant l'austénite par le symbole γ et la martensite par le symbole α' , phases présentes dans une couche carbonitrurée ou cémentée, on applique l'équation (A2.11) pour chacun des pics de chaque phase :

$$I_{hkl}^\gamma = \frac{k \cdot R_{hkl}^\gamma \cdot C_\gamma}{2\mu} \quad I_{hkl}^{\alpha'} = \frac{k \cdot R_{hkl}^{\alpha'} \cdot C_{\alpha'}}{2\mu}$$

Le rapport de ces deux équations donne :

$$\frac{C_\gamma}{C_{\alpha'}} = \frac{I_{hkl}^\gamma \cdot R_{hkl}^{\alpha'}}{I_{hkl}^{\alpha'} \cdot R_{hkl}^\gamma} = a \quad (\text{A2.12})$$

Le coefficient d'absorption μ se simplifie car il affecte d'une manière identique tous les pics.

Une deuxième équation reliant les fractions volumiques des 2 phases nous permet d'obtenir la teneur en austénite résiduelle :

$$C_{\gamma} + C_{\alpha'} = 1 \quad (\text{A2.13})$$

$$C_{\gamma} = \frac{a}{1+a} \quad (\text{A2.14})$$

On mesurant de la surface des pics I_{hkl} on obtient la valeur de C_{γ} .

En comparant plusieurs paires de pics austénite / martensite on obtient plusieurs valeurs indépendantes de la teneur en austénite résiduelle [A2.2].

Problèmes pratiques :

- On choisissant les pics à mesurer on doit éviter de prendre en compte ceux qui, appartenant à 2 phases différentes, se chevauchent. Ainsi les pics γ (111) et le doublet α' ((101), (011)) ne peuvent pas être mesurer.

- Si l'échantillon a une texture, c'est à dire une orientation préférentielle des grains qui le composent, certaines familles de plans auront une probabilité plus élevée d'être en position de diffraction que si la distribution des grains est aléatoire. Les pics correspondants sont alors favorisés, et la teneur en austénite mesurée varie considérablement d'une paire de pics austénite / martensite à une autre. Pour remédier à ce problème plusieurs auteurs ont présenté diverses méthodes. Nous avons choisi celle décrite par Dickson [A2.5] et qui consiste à faire la moyenne des rapports I_{hkl}/R_{hkl} pour chaque phase. C'est une méthode simple qui donne de bons résultats (comparaison de la teneur en austénite obtenue par cette méthode et celle obtenue par la méthode métallographique).

Ainsi nous obtenons l'équation suivante :

$$\frac{C_{\gamma}}{C_{\alpha'}} = \frac{\frac{1}{n_{\gamma}} \sum \frac{I_{\gamma}}{R_{\gamma}}}{\frac{1}{n_{\alpha'}} \sum \frac{I_{\alpha'}}{R_{\alpha'}}} \quad (\text{A2.15})$$

où n_{γ} et $n_{\alpha'}$ sont respectivement le nombre de pics de l'austénite et de la martensite utilisés dans le calcul.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE L'ANNEXE 2

[A2.1] – M-S. Yahia, Contribution à l'étude de l'influence de l'azote dans les traitements thermochimiques de surface des aciers en phase austénitique, thèse de l'INPL, Nancy, 1995

[A2.2] – M. Gantois, Étude radiocristallographique des transformations des alliages or/cuivre de compositions remarquables, thèse de l'Université de Nancy, 1966

[A2.3] – B.D. Cullity, Elements of X-ray diffraction, Addison-Westly, 1978, p. 137

[A2.4] – International tables for X-ray crystallography, The Kynoch press, England, 1968

[A2.5] – M.J. Dickson, J. App. Cryst, vol.2, n°176, 1969

ANNEXE 3

**Détermination des contraintes résiduelles par la diffraction des rayons X,
en utilisant la méthode des $\sin^2\psi$**

La méthode des $\sin^2\psi$ est fondée sur la mesure de la variation du paramètre cristallin due aux contraintes. Les contraintes donnent lieu à un déplacement des pics de diffraction d'une famille en fonction de l'orientation de l'échantillon, déplacement dont l'amplitude et le signe permettent la détermination des contraintes contenues dans le matériau.

Lorsqu'un matériau cristallin est irradié par un rayonnement X monochromatique de longueur d'onde λ de l'ordre de grandeur de l'espacement entre les atomes, on observe un renforcement de l'intensité diffusée au voisinage de quelques valeurs de l'angle 2θ . Ces renforcements, appelés pics de diffraction, correspondent à une interférence constructive des photons X diffusés par les atomes du cristal. Leur position 2θ dépend de λ et de la distance interréticulaire d entre les plans cristallins du matériau par l'intermédiaire de la loi de Bragg :

$$2 * d * \sin\theta = \lambda \quad (A3.1)$$

Toute déformation élastique homogène du matériau analysé va se traduire par une variation de la distance interréticulaire d d'une famille de plans cristallins $\{hkl\}$ (figure A3.1), dont l'amplitude et le sens dépendent de l'orientation de ces plans par rapport à la surface de l'échantillon (les plans $\{hkl\}$ vont avoir tendance à se rapprocher dans les directions en compression et à s'éloigner dans les directions en traction).

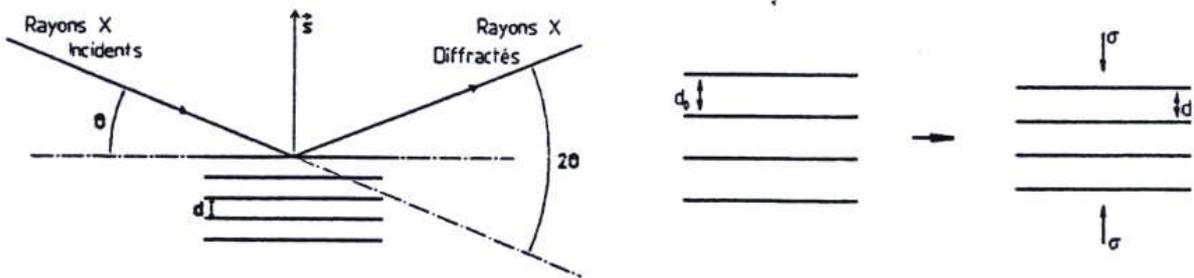


Figure A3.1. Diffraction des rayons X et déformation d'une famille cristallographique de distance interréticulaire d

On peut donc mesurer au moyen de la diffraction des rayons X les variations de la distance interréticulaire d et les relier à la valeur des contraintes [A3.1-A3.2].

La déformation mesurée peut être exprimée par rapport à un état de référence du matériau que nous appelons état sans contrainte. Dans cet état, la distance interréticulaire des plans {hkl} est d_0 qui est une fonction des paramètres de maille du matériau non contraint. Par suite de la déformation élastique, la distance entre plans va prendre une valeur d . La déformation conventionnelle s'écrit :

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (\text{A3.2})$$

Si l'on différencie la loi de Bragg (formule A3.1), on obtient :

$$\begin{aligned} \Delta(2 * d_0 * \sin\theta_0) &= 0 \\ 2 * \Delta d * \sin\theta_0 + 2 * d_0 * \cos\theta_0 * \Delta\theta &= 0 \\ \Delta\theta &= - \frac{\sin\theta_0}{\cos\theta_0} * \frac{\Delta d}{d_0} \\ \Delta 2\theta = (2\theta - 2\theta_0) &= - \frac{2}{\cotan\theta_0} * \frac{\Delta d}{d_0} \end{aligned} \quad (\text{A3.3})$$

Où θ_0 est l'angle de Bragg relié par la relation 1 à la distance d_0 . On peut écrire :

$$\Delta 2\theta = - \frac{2}{\cotan\theta_0} * \varepsilon \quad (\text{A3.4})$$

La relation A3.4 suggère alors la remarque suivante : une déformation ε du matériau induit un déplacement $\Delta 2\theta$, de la raie de diffraction dont l'amplitude sera d'autant plus grande que la raie étudiée sera d'angle de Bragg élevé (figure A3.2).

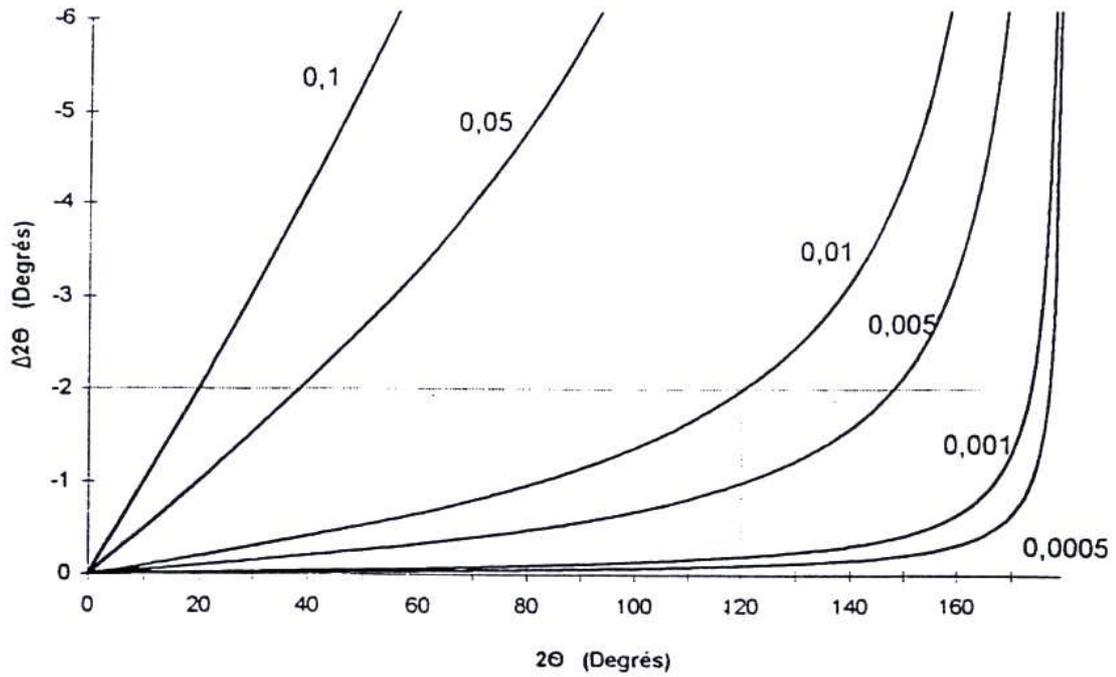


Figure A3.2. Déplacement (en degrés) des raies de diffraction d'un matériau déformé en fonction de l'angle de diffraction (en degrés) pour différentes valeurs de la déformation

Ainsi, il est préférable de travailler en retour, c'est-à-dire pour des angles de Bragg supérieurs à 90 degrés, afin d'augmenter la précision de la mesure.

Détermination des contraintes à partir des déformations mesurées

Dans un matériau tridimensionnel, il est possible de relier la déformation $\varepsilon_{\Phi\Psi}$ dans une direction quelconque, repérée dans le référentiel par les angles d'Euler Φ et Ψ (figure A3.3), au tenseur des déformations ε par la relation suivante [A3.3-A3.4] :

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \vec{e}_{\Phi\Psi} * \varepsilon * \vec{e}_{\Phi\Psi} \tag{A3.5}$$

où $\vec{e}_{\Phi\Psi}$ est le vecteur unitaire de la direction (Φ, Ψ) .

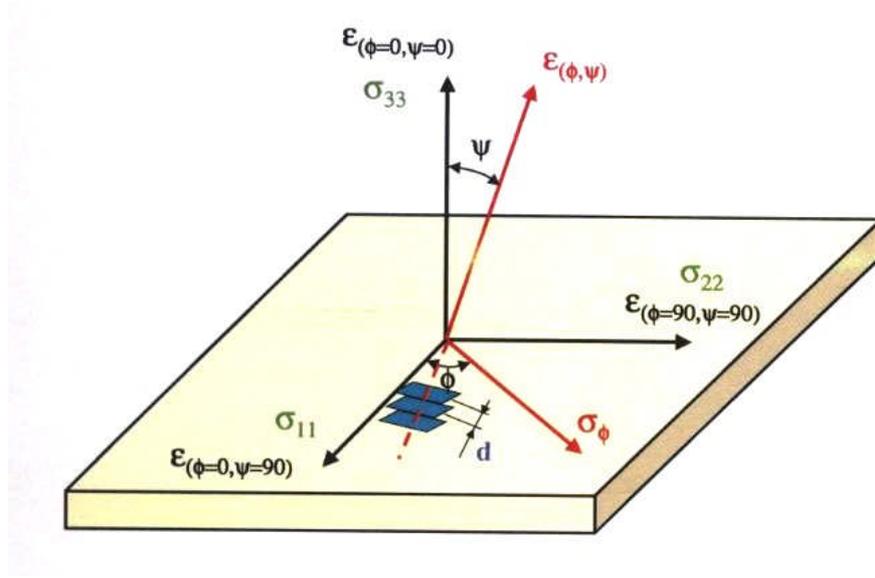


Figure A3.3. Référentiel utilisé

En projetant le vecteur $\vec{e}_{\phi\psi}$ sur les axes du référentiel, on obtient :

$$\vec{e}_{\phi\psi} = \sin\Psi * \cos\Phi * \vec{e}_{11} + \sin\Psi * \sin\Phi * \vec{e}_{22} + \cos\Psi * \vec{e}_{33} \quad (\text{A3.6})$$

Ainsi en reportant (A3.6) dans (A3.5), on trouve :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi} &= \begin{pmatrix} \sin\Psi * \cos\Phi \\ \sin\Psi * \sin\Phi \\ \cos\Psi \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} \sin\Psi * \cos\Phi \\ \sin\Psi * \sin\Phi \\ \cos\Psi \end{pmatrix} = \\ &= \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} * \sin\Psi * \cos\Phi + \varepsilon_{12} * \sin\Psi * \sin\Phi + \varepsilon_{13} * \cos\Psi \\ \varepsilon_{21} * \sin\Psi * \cos\Phi + \varepsilon_{22} * \sin\Psi * \sin\Phi + \varepsilon_{23} * \cos\Psi \\ \varepsilon_{31} * \sin\Psi * \cos\Phi + \varepsilon_{32} * \sin\Psi * \sin\Phi + \varepsilon_{33} * \cos\Psi \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} \sin\Psi * \cos\Phi \\ \sin\Psi * \sin\Phi \\ \cos\Psi \end{pmatrix} = \\ &= \varepsilon_{11} * \sin^2\Psi * \cos^2\Phi + \varepsilon_{12} * \sin^2\Psi * \sin\Phi * \cos\Phi + \varepsilon_{13} * \sin\Psi * \cos\Psi * \cos\Phi + \\ &+ \varepsilon_{21} * \sin^2\Psi * \cos\Phi * \sin\Phi + \varepsilon_{22} * \sin^2\Psi * \sin^2\Phi + \varepsilon_{23} * \sin\Psi * \sin\Phi * \cos\Psi + \\ &+ \varepsilon_{31} * \sin\Psi * \cos\Phi * \cos\Psi + \varepsilon_{32} * \sin\Psi * \sin\Phi * \cos\Psi + \varepsilon_{33} * \cos^2\Psi = \\ &= \sin^2\Psi * (\varepsilon_{11} * \cos^2\Phi + \varepsilon_{12} * \sin\Phi * \cos\Phi + \varepsilon_{21} * \sin\Phi * \cos\Phi + \varepsilon_{22} * \sin^2\Phi) + \\ &+ \sin\Psi * \cos\Psi * (\varepsilon_{13} * \cos\Phi + \varepsilon_{31} * \cos\Phi + \varepsilon_{23} * \sin\Phi + \varepsilon_{32} * \sin\Phi) + \varepsilon_{33} * (1 - \sin^2\Psi) = \\ &= \sin^2\Psi * (\varepsilon_{11} * \cos^2\Phi + \varepsilon_{22} * \sin^2\Phi - \varepsilon_{33} + \varepsilon_{12} * \sin 2\Phi) + \sin 2\Psi * (\varepsilon_{13} * \cos\Phi + \varepsilon_{23} * \sin\Phi) + \varepsilon_{33} \end{aligned} \quad (\text{A3.7})$$

Cette équation représente l'équation polaire de l'ellipsoïde des déformations.

La détermination des composantes ε_{ij} du tenseur complet est donc possible à l'aide de mesures de $\varepsilon_{\Phi\Psi}$ pour différentes valeurs de Φ et Ψ . Mais la mesure de $\varepsilon_{\Phi\Psi}$ sous entend la connaissance de la valeur de θ_0 (relation A3.4). Le système de 6 équations du type (A3.7) n'est pas résolvable (7 inconnues - 6 $\varepsilon_{\Phi\Psi}$ et θ_0). L'équilibre mécanique de la surface fournit une relation supplémentaire, $\sigma_{33} = 0$, et permet, en conséquence, de le résoudre. Après détermination du tenseur complet des déformations ε , il est possible de remonter au tenseur complet des contraintes en utilisant les relations entre contraintes et déformations. Dans un solide continu, homogène et isotrope, ces relations s'écrivent :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{11} &= \frac{1}{E} * (\sigma_{11} - \nu * \sigma_{22}) \\ \varepsilon_{22} &= \frac{1}{E} * (\sigma_{22} - \nu * \sigma_{11}) \\ \varepsilon_{33} &= -\frac{\nu}{E} * (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \\ \varepsilon_{ij} &= \frac{1+\nu}{E} * \sigma_{ij} \\ i \neq j, i, j &= 1, 2, 3\end{aligned}\tag{A3.8}$$

où E et ν sont respectivement les modules d'Young et coefficients de Poisson du matériau étudié.

On peut reformuler l'équation (A3.7) à l'aide du tenseur des contraintes :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{\Phi\Psi} &= \frac{1+\nu}{E} * (\sigma_{11} * \cos^2\Phi + \sigma_{22} * \sin^2\Phi + \sigma_{12} * \sin 2\Phi) * \sin^2\Psi + \\ &+ \frac{1+\nu}{E} * (\sigma_{13} * \cos\Phi + \sigma_{23} * \sin\Phi) * \sin 2\Psi - \frac{\nu}{E} * (\sigma_{11} + \sigma_{22})\end{aligned}\tag{A3.9}$$

Etat uniaxial de contraintes

Considérons un repère de mesure (s_1, s_2, s_3) attaché à la pièce analysée. Si une contrainte σ_{11} (contrainte uniaxiale) est appliquée dans la direction s_1 , la pièce va se trouver dans un état de déformation décrit par un tenseur de déformation ε . Dans le domaine élastique du matériau (supposé homogène et isotrope) les composantes non nulles de ce tenseur seront (voir les relations A3.8 entre contraintes et déformations) :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{11} &= \frac{1}{E} * \sigma_{11} \\ \varepsilon_{22} &= -\frac{\nu}{E} * \sigma_{11} \\ \varepsilon_{33} &= -\frac{\nu}{E} * \sigma_{11}\end{aligned}\tag{A3.10}$$

où E et ν sont respectivement les modules d'Young et coefficients de Poisson du matériau.

On peut représenter la déformation de la pièce sous l'effet de la contrainte σ_{11} par celle d'un cercle fictif dessiné sur le coté de la pièce et solidaire de celle-ci. Ce cercle se déforme en une ellipse qui peut être reconstituée si l'on connaît les diamètres $d(\Psi)$ suivant plusieurs (au moins 2) directions Ψ (figure A3.4) :

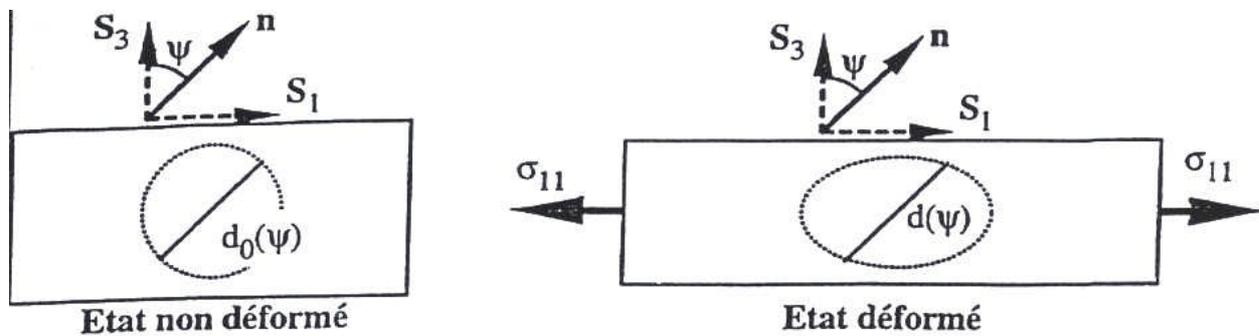


Figure A3.4. Variation de la longueur de jauge en fonction de la contrainte et de la direction Ψ

De la même manière, si on connaît la déformation ε_n dans plusieurs directions repérées par le vecteur \mathbf{n} décrit par l'angle Ψ , on peut remonter au tenseur ε des déformations et par suite à la contrainte σ_{11} . Mathématiquement, les composantes du vecteur \mathbf{n} sont $(\sin\Psi, 0, \cos\Psi)$ et la déformation $\varepsilon_n = \varepsilon_\Psi$ s'obtient par projection du tenseur ε sur la direction \mathbf{n} (voir l'équation A3.7) :

$$\begin{aligned}\varepsilon_\Psi &= \begin{pmatrix} \sin\Psi \\ 0 \\ \cos\Psi \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} \sin\Psi \\ 0 \\ \cos\Psi \end{pmatrix} = \\ &= \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} * \sin\Psi \\ \varepsilon_{22} * 0 \\ \varepsilon_{33} * \cos\Psi \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} \sin\Psi \\ 0 \\ \cos\Psi \end{pmatrix} = \varepsilon_{11} * \sin^2\Psi + \varepsilon_{33} * \cos^2\Psi\end{aligned}\tag{A3.11}$$

En exprimant les déformations en fonction de σ_{11} , on obtient (voir l'équation A3.9) :

$$\varepsilon_{\psi} = \frac{1+\nu}{E} * \sin^2 \Psi * \sigma_{11} - \frac{\nu}{E} * \sigma_{11} = \frac{1}{2} * S_2 * \sin^2 \psi * \sigma_{11} + S_1 * \sigma_{11} \quad (A3.12)$$

D'après cette équation, l'évolution de la déformation ε_{ψ} en fonction de $\sin^2 \Psi$ est linéaire et de pente proportionnelle à la contrainte σ_{11} que l'on cherche à déterminer. Le coefficient de proportionnalité $1/2S_2$ ne dépend que des caractéristiques élastiques du matériau. L'élasticité d'un matériau isotrope peut être décrite par deux coefficients qui peuvent être de manière équivalente E et ν ou les coefficients de Lamé λ et μ ($E = \mu * \frac{3 * \lambda + 2 * \mu}{\lambda + \mu}$ et $\nu = \frac{\lambda}{2 * (\lambda + \mu)}$) ou encore $\frac{1}{2 * S_2} = \frac{1 + \nu}{E}$ et $S_1 = -\frac{\nu}{E}$.

Dans le domaine de la détermination des contraintes par diffractométrie ce sont les constantes $1/2S_2$ et S_1 qui sont le plus couramment employées.

Etat biaxial de contraintes

Dans le cas d'un état de contrainte biaxial, les composantes non nulles du tenseur des contraintes sont σ_{11} , σ_{12} , σ_{22} . Le problème devient tridimensionnel et il est nécessaire de mesurer la déformation suivant une direction n décrite par deux angles Φ et Ψ (figure A3.5) :

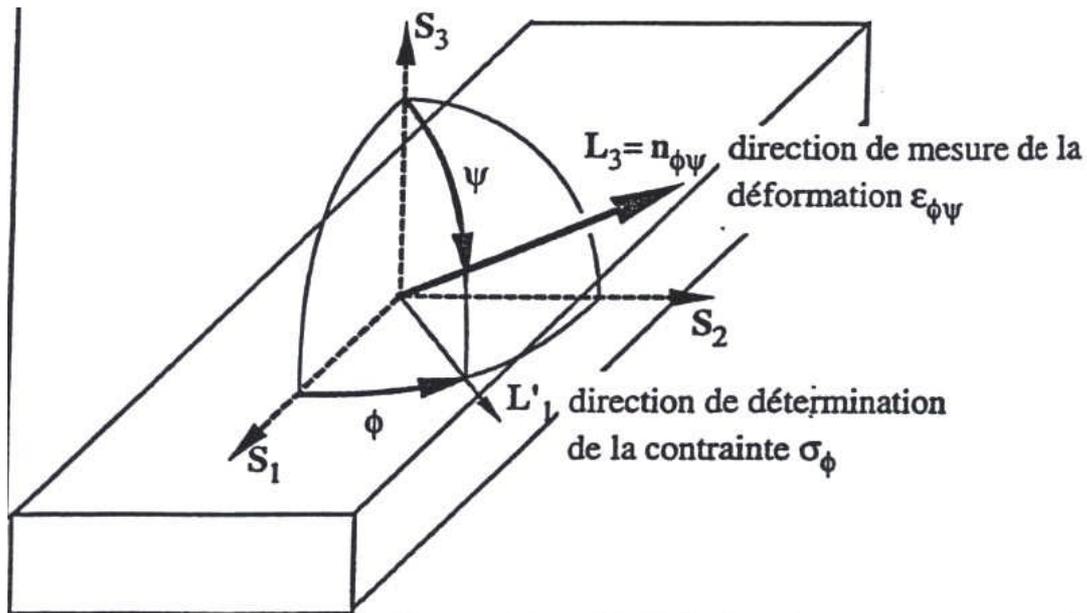


Figure A3.5. Définition du repère de mesure et des angles Φ et Ψ

Le vecteur \mathbf{n} a pour composantes $(\sin\Psi*\cos\Phi, \sin\Psi*\sin\Phi, \cos\Psi)$ (voir la relation A3.6). Les relations entre déformations et contraintes s'écrivent (voir les formules A3.8) :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{11} &= \frac{1}{E}*(\sigma_{11} - \nu*\sigma_{22}) \\ \varepsilon_{22} &= \frac{1}{E}*(\sigma_{22} - \nu*\sigma_{11}) \\ \varepsilon_{33} &= -\frac{\nu}{E}*(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \\ \varepsilon_{23} &= 0 \quad (\sigma_{23} = 0) \\ \varepsilon_{31} &= 0 \quad (\sigma_{31} = 0) \\ \varepsilon_{12} &= \frac{1+\nu}{E}*\sigma_{12}\end{aligned}\tag{A3.13}$$

La déformation mesurée $\varepsilon_n = \varepsilon_{\Phi\Psi}$ est la projection du tenseur ε sur la direction \mathbf{n} de mesure (voir l'équation A3.7) :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{\Phi\Psi} &= \begin{pmatrix} \sin\Psi*\cos\Phi \\ \sin\Psi*\sin\Phi \\ \cos\Psi \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & 0 \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} \sin\Psi*\cos\Phi \\ \sin\Psi*\sin\Phi \\ \cos\Psi \end{pmatrix} = \\ &= \begin{pmatrix} \varepsilon_{11}*\sin\Psi*\cos\Phi + \varepsilon_{12}*\sin\Psi*\sin\Phi \\ \varepsilon_{21}*\sin\Psi*\cos\Phi + \varepsilon_{22}*\sin\Psi*\sin\Phi \\ \varepsilon_{33}*\cos\Psi \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} \sin\Psi*\cos\Phi \\ \sin\Psi*\sin\Phi \\ \cos\Psi \end{pmatrix} = \\ &= \varepsilon_{11}*\sin^2\Psi*\cos^2\Phi + \varepsilon_{12}*\sin^2\Psi*\sin\Phi*\cos\Phi + \varepsilon_{21}*\sin^2\Psi*\cos\Phi*\sin\Phi + \\ &+ \varepsilon_{22}*\sin^2\Psi*\sin^2\Phi + \varepsilon_{33}*\cos^2\Psi = \\ &= \sin^2\Psi*(\varepsilon_{11}*\cos^2\Phi + \varepsilon_{12}*\sin\Phi*\cos\Phi + \varepsilon_{21}*\sin\Phi*\cos\Phi + \varepsilon_{22}*\sin^2\Phi) + \\ &+ \varepsilon_{33}*(1 - \sin^2\Psi) = (\varepsilon_{11}*\cos^2\Phi + \varepsilon_{22}*\sin^2\Phi - \varepsilon_{33} + \varepsilon_{12}*\sin 2\Phi) + \varepsilon_{33}\end{aligned}\tag{A3.14}$$

En exprimant les déformations en fonction des contraintes, on obtient (voir l'équation A3.9) :

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \frac{1+\nu}{E}*(\sigma_{11}*\cos^2\Phi + \sigma_{22}*\sin^2\Phi + \sigma_{12}*\sin 2\Phi)*\sin^2\Psi - \frac{\nu}{E}*(\sigma_{11} + \sigma_{22})\tag{A3.15}$$

On peut remarquer que le premier terme entre parenthèses n'est autre que la projection du tenseur de contraintes sur la direction L'_1 de composantes $(\cos\Phi, \sin\Phi, 0)$, c'est-à-dire la

valeur de la contrainte σ_Φ suivant la direction L'_1 , et que le deuxième terme est la trace du tenseur σ :

$$\begin{aligned}\sigma_\Phi &= \sigma_{11} * \cos^2\Phi + \sigma_{22} * \sin^2\Phi + \sigma_{12} * \sin 2\Phi \\ \text{Tr}(\sigma) &= \sigma_{11} + \sigma_{22} \\ \varepsilon_{\Phi\Psi} &= \frac{1+\nu}{E} * \sigma_\Phi * \sin^2\Psi - \frac{\nu}{E} * \text{Tr}(\sigma) = \frac{1}{2} * S_2 * \sigma_\Phi * \sin^2\Psi + S_1 * \text{Tr}(\sigma)\end{aligned}\tag{A3.16}$$

Le principe de la détermination d'une contrainte dans une direction Φ est alors le suivant : on trace la déformation mesurée $\varepsilon_{\Phi\Psi}$ en fonction de $\sin^2\Psi$, la pente est proportionnelle à σ_Φ et l'ordonnée à l'origine est proportionnelle à la trace du tenseur des contraintes. C'est cette équation qui donne à la technique le nom de « méthode des $\sin^2\Psi$ ».

Remarque : pour $\Phi = 0$, la contrainte σ_Φ est égale à σ_{11} et pour $\Phi = \pi/2$, la contrainte σ_Φ est égale à σ_{22} . Il suffit alors d'effectuer une mesure dans une troisième direction Φ pour obtenir le tenseur complet des contraintes.

Détermination de l'état de référence pour l'état biaxial de contraintes

Pour pouvoir calculer la contrainte σ_Φ dans une direction Φ ou le tenseur complet des contraintes, il faut pouvoir mesurer les déformations. Cependant, dans la majorité des cas, on ne connaît pas la position θ_0 des pics de diffraction de l'échantillon non contraint car on ne dispose que de l'échantillon contraint. Dans le cas d'un état biaxial de contraintes, on peut cependant prendre pour valeur de θ_0 la position du pic pour $\Psi = 0$ [A3.3].

Erreur de détermination de la position du pic

Erreurs d'acquisition :

Par principe même d'acquisition des pics de diffraction, on introduit des erreurs aléatoires dues à l'aspect statistique du comptage des photons X. Le nombre de « coups » est entier et relativement faible (quelques dizaines de milliers pour un pic). La précision du pic est principalement influencée par le rapport hauteur du pic/fond continu et par le temps de comptage.

$$\sigma_{2\theta} = \frac{k_1 * (1 + k_2 * b)}{\sqrt{H}}\tag{A3.17}$$

$\sigma_{2\theta}$ – écart type sur 2θ ;

H – hauteur nette du pic (en coups) proportionnelle au temps d'acquisition ;

b – rapport bruit sur hauteur nette du pic ;

k_1, k_2 – coefficients déterminés expérimentalement.

Il faut donc veiller à choisir des pics bien définis et un temps de comptage suffisant.

Erreur de traitement :

Le choix de la méthode de détermination de position des pics, conditionné par les moyens à disposition, prend son importance dans les cas défavorables (pics larges, petit angle θ , doublet...).

On notera l'importance de choisir autant que possible un angle de diffraction 2θ (typiquement supérieur à 140 degrés), puisque le déplacement $\Delta 2\theta$ est proportionnel à $\tan\theta$ pour une déformation donnée, ce qui permet de réduire l'erreur relative de détermination du déplacement de pic [A3.3].

Les erreurs d'acquisition sont minimisées par le choix de pics intenses et l'adoption d'un temps de comptage suffisant. Le choix des pics situés aux grands angles ($> 140^\circ$) permet de limiter les erreurs liées à l'estimation du déplacement du pic.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE L'ANNEXE 3

[A3.1] - N. Durand, Contraintes résiduelles et microstructure dans des films minces de tungstène, thèse, Université de Poitiers, 1994

[A3.2] – J-P. Calvel, Détermination expérimentale des contraintes résiduelles introduites par la nitruration gazeuse d'aciers 35CD4 et 40CAD6.12. Relations avec le durcissement, thèse, Institut national polytechnique de Toulouse, 1983

[A3.3] - Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. Première partie : cas général, rédigé par le laboratoire LM3/MET – X, ENSAM Paris, septembre 1997

[A3.4] – F. Lecroisey, B. Miège, A. Saint-Etienne, La mesure des contraintes résiduelles. Méthode de détermination par rayons X, Les mémoires techniques du CETIM, n°33, mars 1978

Mise au point de surfaces résistant à des sollicitations de roulement – glissement sous des pressions de contact élevées de 2,5GPa et jusqu'à 300°C. Applications aux engrenages et aux transmissions par courroies

RESUME : Les concepteurs d'automobiles souhaitent améliorer les performances des ensembles mécaniques de transmission de puissance soumises à des sollicitations sévères. Parmi les nombreux paramètres à prendre en considération, les pressions de contact des surfaces et la température de fonctionnement sont deux éléments très importants. Notre objectif était la recherche du couple matériau – traitement de surface résistant aux phénomènes de fatigue de contact sous des pressions de 2,5GPa à une température de 300°C. Les traitements thermo-chimiques par diffusion du carbone et de l'azote et des mécanismes de durcissement et de la mise en contraintes de compression associés à ces traitements permettent d'améliorer les propriétés des couches superficielles des pièces en acier. Trois approches sont envisagées pour répondre aux objectifs :

- Le durcissement par précipitation de nitrures nanométriques de type CrN au cours de la nitruration profonde à 520°C des aciers alliés au chrome du type 32CrMoV13. C'est une solution satisfaisante pour atteindre les objectifs mais qui nécessite un traitement thermo-chimique de longue durée ;

- Le durcissement par transformation de phase de type martensitique au cours d'une carbonituration à forte concentration en azote permettant la précipitation de nitrures au cours du revenu à 300°C d'aciers faiblement alliés du type 27MnCr5 et 27CrMo4. Ce type de traitement ne permet pas de répondre aux objectifs, car les couches carbonitrurées évoluent rapidement avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C;

- Le durcissement par trempé martensitique après l'enrichissement en carbone au cours d'une cémentation réalisé sur un acier 15NiMoCr10 contenant du silicium permettant de retarder la décomposition de la martensite avant 300°C. Les résultats de microindentation à 300°C montrent, que les caractéristiques élastiques de la couche cémentée et revenue sont réduites à des valeurs qui ne permettent pas de garantir une endurance suffisante de la surface de l'acier 15NiMoCr10 cémenté avec l'augmentation de la température jusqu'à 300°C sans qu'il soit procédé à des essais mécaniques en conditions réelles. Cet acier et le traitement de cémentation associé présentent toutefois un potentiel de caractéristiques qui justifie la mise en œuvre de ces essais.

MOTS CLES : Pression de contact, température, fatigue de contact, nitruration, carbonituration, cémentation, mécanismes de durcissement, microindentation à 300°C

Development of surfaces resistant to effects of rolling-sliding under high contact pressures of 2,5GPa and up to 300°C. Application to gears and belt drives

ABSTRACT: Car designers are seeking ways to improve the performance of power transmission mechanical parts which subjected to severe conditions. Attention should be drawn in particular to contact pressure and operating temperature. Our object was to seek a dual material – surface treatment resistant to contact fatigue phenomena under pressures of 2.5GPa up to 300°C. Thermochemical treatments by carbon and nitrogen diffusion and hardening mechanisms associated with these treatments improve the surface properties of steels. Three approaches are considered in order to reach the objectives:

- Hardening by chromium nitrides precipitation during nitriding (at 520°C) of chromium alloyed 32CrMoV13 industrial steel. It is a satisfactory solution to achieve the objectives; however, it requires a long thermochemical treatment;

- Hardening by martensite transformation after carbo-nitriding with a high nitrogen concentration allowing nitrides precipitation during tempering at 300°C of slightly alloyed 27MnCr5 and 27CrMo4 steels. This type of treatment does not reach the objectives: carbo-nitriding layers evolve quickly with temperature increasing until 300°C;

- Hardening by martensite transformation after carburizing of silicon alloyed 15NiMoCr10 steel. Silicon slows down martensite decomposition before 300°C. Results of microindentation at 300°C show that elastic characteristics of carburizing and tempered 15NiMoCr10 steel layer are reduced. The remaining values do not guarantee a sufficient endurance of steel carburised surface up to 300°C without it first being subjected to mechanical tests in real operating conditions. This steel and thermochemical treatment associated have however potential characteristics which justify these tests.

KEY WORDS: Contact pressure, temperature, contact fatigue, nitriding, carbo-nitriding, carburizing, hardening mechanisms, microindentation at 300°C