



وزارة التعليم العالي و البحث العلمي



UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR-ANNABA

جامعة باجي مختار- عنابة

Faculté des Sciences de l'ingénieur  
Département de Métallurgie et Génie des Matériaux

MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MAGISTER

*Thème:*

*Amélioration des propriétés de surface d'un acier  
à outils de travail à chaud par des traitements  
thermiques et thermochimiques (Cémentation)*

Option: Endommagement des matériaux

Par:

ATHMANI Moussa

Directeur de mémoire: Pr. FARES Mohamed Lamine

Université d'Annaba

DEVANT LE JURY:

Président : Pr. BOULENOUAR. L

Université d'Annaba

Examineurs : Dr. DARSOUNI. A

Université d'Annaba

Dr. MERAKEB. N

Université d'Annaba

2010/2011

**Abstract:** The effects of conventional heat treatments (quenching and tempering) and thermochemical treatment (gas carburizing) on the mechanical characteristics of non standard hot work tool steel, close to either AISI-H11/H13 are investigated. The major elemental composition differences are in carbon, silicon and vanadium. The objective of the carried heat treatments is to obtain an efficient tool performance in terms of hardness, wear resistance and mechanical strength. For conventional heat treatments, experimental results allow an explanation of the surface properties depending mainly on both chemical composition and optimised preheating parameters. After austenitizing at 1050 °C for 15 min, the as-quenched steel in oil bath exhibited the fully martensitic structure connected to a small fraction of retained austenite and complex carbides mainly of  $M_{23}C_6$  type. Twice tempering at 500 °C and 600 °C resulted in the secondary hardness effect. As a result, carbide content amounted to 3% while the retained austenite content decreased to 0%. Accordingly, the required mechanical properties in terms of hardness and wear are fulfilled for the expected tool life. For carburizing process, global results are related to (i) formed layers which are characterized by their basic properties such as thickness, depth, formed phases, hardness and wear resistance, (ii) microstructures and diffusion mechanisms which show a close dependence of both time-temperature process and chemical composition of material. Treatment results for various processing times indicate that retained austenite content decreases drastically as processing time increases. Besides, test results provide a significant improvement of wear resistance for specimens presenting higher retained austenite content despite their relatively lower hardnesses. Furthermore, productivity of the suggested new material can be extensively enhanced when the above treatment is used. Metallurgical evaluations are carried out using metallographic techniques, optical (MO), scanning electron microscopy (SEM) equipped with an energy-dispersive X-Ray spectrometer (EDS) and X-ray diffraction techniques. Mechanical properties are achieved mainly by standard hardness and wear tests.

**Résumé:** Les effets des traitements thermiques classiques (trempe et revenu) et du traitement thermochimique (cémentation à gaz par exemple) sur les caractéristiques mécaniques d'un acier à outil industriel de travail à chaud, proche de AISI-H11/H13 sont étudiées. La différence dans la composition chimique réside dans les éléments carbone, silicium et vanadium. L'objectif des traitements thermiques est d'obtenir un outil efficace et performant en termes de dureté, de résistance à l'usure et de résistance au choc. Les résultats expérimentaux des traitements thermiques préconisés fournissent une compréhension explicite des propriétés de surface principalement par rapport à la composition chimique et les paramètres optimaux de traitements. Après austénitisation à 1050 °C pendant 15 min, l'acier trempé à l'huile révèle une structure entièrement martensitique liée à une petite fraction d'austénite résiduelle et des carbures complexes de type  $M_{23}C_6$ . Un double revenu à 500 et 600 °C contribue au phénomène de durcissement secondaire. Le pourcentage de carbures augmente de 2 à 3% tandis que la fraction volumique de l'austénite résiduelle diminue jusqu'à 0%. En conséquence, les propriétés mécaniques requises en termes de dureté et de résistance à l'usure sont atteintes pour une durée de vie définie. Pour le processus de cémentation, les résultats globaux sont liés aux (i) couches formées qui sont caractérisées par leurs propriétés de base telles que l'épaisseur, la profondeur, les phases formées, la dureté et la résistance à l'usure, (ii) microstructures et aux mécanismes de diffusion qui montrent une dépendance étroite entre le temps de traitement et la composition chimique du matériau. Les résultats relatifs aux différents temps de traitement indiquent que la fraction volumique de l'austénite résiduelle diminue de façon drastique avec l'augmentation du temps de traitement. Par ailleurs, les résultats relatifs aux essais montrent une amélioration significative de la résistance à l'usure pour les échantillons qui présentent la fraction volumique d'austénite résiduelle la plus élevée malgré leur bas niveau de dureté. En outre, la productivité des pièces se voit largement améliorée lorsque le traitement suggéré est utilisé. La caractérisation métallurgique est effectuée par le biais de techniques métallographiques, de la microscopie optique (MO) et électronique à balayage (MEB) équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie X-Ray (EDS) et les techniques de diffraction des rayons X. Les propriétés mécaniques sont déterminées principalement par les essais de dureté et d'usure abrasive.

**ملخص:** تمت دراسة الآثار المترتبة عن المعالجات الحرارية التقليدية (سقاية + ارجاع) و الكيميوحرارية (الكربنة) على الخصائص الميكانيكية لفولاذ مخصص للعمل في درجات حرارة عالية قريب من صيغة AISI H11/H13 مع وجود اختلاف في العناصر: الكربون و السليسيوم و الفانديوم. الهدف من هذه المعالجات هو ايجاد اداة فعالة من ناحية الصلابة و مقاومة التلف و الصدمات. بعد رفع درجة حرارة العينات الى 1050°م لمدة 15 د المعدن المبرد بسرعة في الزيتكتسب بنية قريبة من المرتسيت تحوي كمية من الحديد  $\gamma$  و مركبات من النوع  $M_{23}C_6$  ان ارجاعا مضاعفا عند درجة حرارة 500 °م و 600 °م ينتج عنه تقسية ثانوية للمعدن. نلاحظ ارتفاع نسبة الكرييدات من 2 % الى 3 % مع انخفاض في نسبة الحديد  $\gamma$  المتخلفة الى الصفر.

بالنسبة للكربنة مجمل النتائج تتعلق ب: (1) الطبقات المتشكلة و التي تتميز بالعمق و الأطوار المتكونة. (2) البنية و آليات الانتشار التي تبرهن عن وجود علاقة بين وقت المعالجة و بنية المعدن . النتائج النسبية لمختلف اوقات المعالجة تبين ان النسبة الحجمية للحديد  $\gamma$  المتخلفة تنخفض بشكل جذري تزامنا مع ارتفاع وقت المعالجة. من جهة اخرى نلاحظ ارتفاع في مقاومة التلف عند العينات التي تحوي على كمية معتبرة من الحديد  $\gamma$  المتخلفة . هذا وقت تمت الاستعانة بالمجهر الضوئي و الاكتروني الماسح و التحليل بالأشعة السينية لتحديد البنية, اما الخصائص الميكانيكية فقد درست باستعمال اجهزة قياس الصلابة و مقاومة التلف.

## *Remerciements*

Je remercie particulièrement et chaleureusement le professeur Fares Mohamed Lamine, qui a assuré l'encadrement de ma thèse au quotidien. Je tiens à lui exprimer toute ma reconnaissance pour sa disponibilité et sa patience.

Je remercie également Monsieur BOULENOUAR L pour m'avoir fait l'honneur d'être le président du jury, ainsi que Mr DARSOUNI A et Mr MERAKEB N pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail et pour avoir accepté de l'examiner.

Je tiens à exprimer ma gratitude à Mr TALHI Y pour son aide; au Dr BELAID M pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire et pour avoir porté un intérêt quotidien à l'avancée de mes travaux.

Il me reste encore quelques remerciements, et non des moindres, à adresser à tous mes collègues, et souvent amis, qui m'ont aidé et soutenu, tant à KAHLOUCHE A, BACHIRI A, ABIDI Y, BOUGUIZI N, CHEBAB S, REZZAG H et GHERBI A.

# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE I : ETUDE THEORIQUE</b>	
<b>I. LES ACIERS A OUTILS.....</b>	<b>3</b>
I.1. Introduction.....	3
I.2 Classification.....	3
I.2.1 Les aciers à outils non alliés pour travail à froid.....	4
I.2.2 Les aciers à outils alliés pour travail à froid.....	4
I.2.3 Les aciers à outils alliés pour travail à chaud.....	4
I.2.4 Les aciers rapides.....	5
I.3 Propriétés des aciers à outils.....	8
I.4 Composition chimique.....	8
<b>II. LES TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS À OUTILS</b>	
II.1 Introduction.....	11
II.2 Recuit et traitements connexes.....	11
II.2.2 types de recuit.....	12
II.3 Traitement de durcissement par trempe.....	14
II.3.1 Austénitisation.....	14
II.3.2 Influence des éléments d'alliages sur l'austénitisation.....	16
II.3.3 Température d'austénitisation selon le type d'acier à outils.....	16
II.3.4 La trempe.....	18
II.3.5 Milieux de trempe.....	18
II.3.6 Le revenu.....	18
<b>III. LES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUE</b>	
III.1 Introduction.....	21
III.2 Cémentation.....	21
III.3 Techniques de cémentations.....	22
III.3.1 Cémentation solide.....	22
III.3.2 Cémentation liquide.....	22
III.3.3 Cémentation gazeuse.....	23
III.3.4 Cémentation ionique.....	25
III.4 Profondeur cémentée.....	25
III.5 Traitements thermiques après la cémentation.....	26
III.6 Aciers pour cémentation.....	26
III.7 Propriétés des pièces cémentées.....	26
III.7.1 Usure.....	27
III.7.1.1 Les différents types d'usure.....	27
III.7.1.2 L'usure par abrasion.....	30
III.7.1.3 Facteurs influant sur l'usure abrasive.....	30
III.7.2 Fatigue.....	31
III.7.3 Fatigue superficielle.....	31
III.8 Carbonituration.....	32
III.8.1 Carbonituration à basse température (600-700°C).....	32

III.8.2 Carbonituration (750-880°C).....	32
III.9 Opération de diffusion lors de la carbonituration.....	34
III.10 Traitements thermiques des pièces carbonitrurées.....	34
III.11 Structure et dureté des pièces carbonitrurées .....	36
III.12 Aciers de carbonituration.....	36
III.13 Eléments de comparaison entre cémentation et carbonituration.....	37
III.14 L'austénite résiduelle.....	37
III.15 Le Processus de Nitruration.....	39
III.15.1 Couche de combinaison ou couche blanche.....	39
III.15.2 Couche de diffusion.....	41
III.16 Les procédés de nitruration: .....	41
III.16.1 La nitruration gazeuse.....	41
III.16.2 Nitruration ionique.....	42
III.16.3 Nitruration liquide.....	44
III.17 La nitrocarburation.....	46

## CHAPITRE II: MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.1 Matériau .....	50
II.2 Traitements thermiques.....	50
II.2.1 Recuit.....	50
II.2.2 Trempe .....	50
II.2.3 Revenu.....	50
II.3 Caractérisations après traitement thermique.....	51
II.3.1 Etude microstructurale.....	51
II.3.1.1 Microscope optique .....	51
II.3.1.2 microscope électronique à balayage (MEB).....	51
II.3.1.3 Détermination des phases par rayons .....	51
II.3.2 Propriétés mécaniques.....	54
II.3.2.1 Dureté.....	54
II.3.2.2 Résistance à l'usure .....	54
II.4 Cémentation .....	56
II.5 Caractérisations après cémentation .....	56
II.5.2 Propriétés mécaniques.....	56
II.5.2.1 Microdureté.....	56
II.5.2.2 Résistance à l'usure .....	56

## CHAPITRE III: RESULTATS ET INTERPRETATION

III.1 Matériau .....	58
III.2 Traitements thermiques.....	58
III.2.1 Recuit.....	58
III.2.2 Trempe.....	58
III.2.3 Revenu.....	61
III.2.4 Caractérisation de l'état structural.....	63
III.2.4.1 La trempe.....	63
III.2.4.2 Revenu.....	67
III.3 Test d'usure par abrasion.....	75
III.4 Traitement de cémentation.....	77
III.4.1 Etude microstructurale.....	77

III.4.2 Propriétés mécaniques.....	86
III.4.2.1 Microdureté.....	86
III.4.2.2 Résistance à l'usure.....	88
<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>91</b>

# Liste des figures

N° Figure	Titre	page
Figure 1	Evolution de la dureté en fonction de la température de revenu pour quelques nuances d'aciers à outils de travail à chaud.	7
Figure 2	Evolution de la ténacité en fonction de la température de quelques aciers à outils.	7
Figure 3	Quantité des carbures en fonction de la température d'austénitisation	10
Figure 4	Structure d'un acier <b>AISI H11</b> à l'état recuit.	13
Figure 5	Cycle de traitement thermique des aciers à outils.	13
Figure 6	La structure austénitique d'un acier H11.	15
Figure 7	Délimitation des conditions de refroidissement permettant de réaliser une trempe martensitique ou bainito-martensitique	17
Figure 8	Différentes structures d'un acier H11 après trempe et revenu.	19
Figure 9	Austénite résiduelle dans une couche cémentée et durcie par trempe	24
Figure 10	Micrographie d'une couche cémentée par plasma pendant 2 h d'un acier SUS 316 L	24
Figure 11	Profondeur conventionnelle de cémentation.	24
Figure 12	Influence de la dureté de l'abrasif.	29
Figure 13	Micrographie MET d'un acier AISI 1015, nitrocarburé à 870°C.	33
Figure 14	Profil d'un acier carbonitruré.	33
Figure 15	Couche carbonitrurée : structure martensitique et austénite résiduelle.	35
Figure 16	Digramme d'équilibre Fe-N.	38
Figure 17	Relation entre le diagramme d'équilibre Fe-N et la courbe Concentration-pénétration à 570 °C.	38
Figure 18	Micrographie d'un acier H11 nitruré.	40
Figure 19	Structure d'un acier à outils H11 nitruré par plasma.	43
Figure 20	Microstructure d'un acier à outils de travail à chaud subit une nitruration liquide.	43
Figure 21	Profil de concentration d'un acier nitrocarburé.	45
Figure 22	Structure d'une surface d'un acier à outils H11 Nitrocarburé + post-oxydé à 773 K.	47
Figure 23	Cycle de traitement du recuit complet de l'acier d'étude.	49
Figure 24	Cycle du traitement de durcissement par trempe et revenu.	49
Figure 25	Dispositif expérimental de l'usure.	53
Figure 26	Cycle de la cémentation gazeuse.	55
Figure 27	Structure de l'acier d'étude à l'état recuit.	57
Figure 28	Spectre de rayons X de l'acier d'étude à l'état recuit.	57
Figure 29	Méthode de trempe (a) austénitisation (b) 1er revenu.	59
Figure 30	Micrographie de l'acier d'étude trempé à la température 1050°C.	61
Figure 31	Spectre de rayon X de l'acier d'étude après trempe.	61
Figure 32	Micrographie de l'acier d'étude revenu à 500°C.	65
Figure 33	Spectre de rayon X de l'acier d'étude après revenu à 500°C.	65
Figure 34	Variation des volumes des constituants de l'acier d'étude après chaque traitement thermique.	67
Figure 35	Micrographie de l'acier d'étude revenu à 600°C.	67
Figure 36	Spectre de rayon X de l'acier d'étude après revenu à 600°C.	68
Figure 37	Spectres de rayon X superposés de l'acier d'étude après traitements thermiques.	69
Figure 38	Micrographie MEB de l'acier d'étude revenu à 600°C.	71

Figure 39	L'analyse globale par EDX de l'acier d'étude revenu à 600°C.	72
Figure 40	Comportement à l'usure abrasive de l'acier d'étude après revenu à 600°C.	74
Figure 41	Micrographies optiques des couches cémentées de l'acier d'étude	76
Figure 42	Microstructure MEB de d'étude cémenté pendant 2 h.	78
Figure 43	Diffractogramme de l'échantillon C1.	80
Figure 44	Diffractogramme de l'échantillon C2.	80
Figure 45	Diffractogramme de l'échantillon C3.	82
Figure 46	Diffractogramme de l'échantillon C4.	82
Figure 47	Spectres de diffraction superposés des échantillons C1, C2, C3 etC4.	83
Figure 48	Evolution des fractions volumiques des phases (martensite et austénite résiduelle) en fonction du temps de traitement de cémentation.	83
Figure 49	Profils des microduretés des couches cémentées pour les échantillons traités à différents temps de maintien.	84
Figure 50	Comportement à l'usure abrasive des échantillons: C1, C2, C3, C4.	86
Figure 51	Perte en masse en fonction de la distance de glissement des échantillons C1, C2, C3, C4.	88

## INTRODUCTION GENERALE

Les termes "*outils de travail à chaud*" sont appliqués à différents types d'outils pour le travail ou le moulage des métaux à des températures élevées (moulage sous pression, extrusion à chaud, matriçage et moulage de plastique). Habituellement, les aciers à outils de travail à chaud, utilisés pour le matriçage, sont sujets à des effets thermiques élevés et à des conditions sévères d'usure et de charges mécaniques ; de tels effets provoquent une sensibilité accrue à l'usure induisant ainsi des frais des coûts de revient considérables.

Il est bien connu que les mécanismes d'usure sont en dépendance étroite avec la composition chimique, la microstructure, le niveau des charges mécaniques mises en jeu et des propriétés de surface du matériau. Aussi, une usure prématurée est liée à une combinaison de divers facteurs tel que le choc thermique, l'érosion et les phénomènes de corrosion. La prévention de tels endommagements est souvent associée à des niveaux de dureté critiques qui ne doivent pas être dépassés pour une application spécifique. Par exemple, les duretés recommandées pour l'extrusion et le moulage sous pression se situent dans les gammes de 43-52 HRC et 44-50 HRC, respectivement, alors que pour les matrices de forge elles sont dans l'intervalle de 40-55 HRC.

Divers grades d'aciers normalisés (AISI H10-H19) et ainsi que d'autres commerciaux sont couramment utilisés dans ces domaines. Si les principales propriétés recherchées sont la ténacité, la résistance aux chocs, la dureté, la stabilité dimensionnelle, la résistance à l'usure et la résistance thermique, aucun des aciers étudiés ne peut satisfaire toutes ces exigences pour tous les différents domaines d'application. Dans ce contexte, des nuances d'acier tels que AISI H11 et H13 sont les plus largement utilisés dans l'industrie, ce qui est confirmé par l'existence de nombreux travaux issus de la littérature, englobant des aspects tels que la composition chimique, les paramètres de traitement et la durée de vie des pièces. En se focalisant sur tous ces facteurs et leur rôle sur la performance de l'outil, une éventuelle modification de la composition chimique peut avoir un impact majeur sur les propriétés mécaniques des outils. Ces conditions ne peuvent être satisfaites que par le choix d'alliages ayant une composition de base qui permet l'obtention d'une microstructure dont la répartition des carbures dans la matrice ferritique serait uniforme. Si une variété d'aciers de composition chimique normalisée et non normalisée existe, le problème du choix de l'acier approprié pour une application donnée reste posé si les compositions chimiques sont les seules considérées.

C'est pourquoi, il est nécessaire de prendre également en compte les paramètres de traitement thermique. Par exemple, une trempe brutale dans le but d'avoir un durcissement maximal, l'outil peut être sujet à des risques de fissuration en contrepartie, une trempe plus lente peut ne pas développer de microstructures favorables pour une résistance recherchée. Par conséquent, les propriétés obtenues par des traitements thermiques doivent être le résultat d'un compromis entre les divers paramètres. Cependant, au vu des conditions de fonctionnement très sévères, ces opérations

restent insuffisantes. Aussi, il devient nécessaire de chercher d'autres solutions relatives à des modifications de surface, capables d'assurer meilleure performance et une durabilité du produit final. Si l'endommagement de l'outil est associé à la propriété de dureté, la dureté des couches surfaciques peut être largement améliorée en utilisant des traitements thermochimiques, à savoir la cémentation, la carbonituration et la nitrocarburation.

Parmi ces procédés, la cémentation est un traitement s'effectuant à haute température et est suivi d'une trempe et d'un revenu, avec pour principal objectif d'augmenter le niveau de dureté à la surface de l'outil. Les milieux de potentiel de carbone pratiqués, peuvent être solides ou liquides mais la cémentation gazeuse reste la plus utilisée à l'échelle industrielle. Si les propriétés de surface telles que la dureté et la résistance à l'usure sont les principales préoccupations, d'autres propriétés à savoir la résistance au choc, à la fatigue thermique ainsi qu'à la corrosion, ne doivent pas être négligées afin de produire un outil performant de durée de vie acceptable.

Ce mémoire s'articule sur quatre chapitres.

Le premier sera consacré à des rappels théoriques sur les principales familles des aciers à outils et leur classification, sur leurs traitements thermiques et thermochimiques.

Dans un deuxième chapitre, on présente quelques avancées sur des travaux effectués dans ce domaine, à savoir la considération du rôle de la composition chimique et les paramètres de traitements (thermiques et thermochimiques) sur les propriétés finales de l'outil.

Le troisième chapitre sera consacré à la présentation du matériau d'étude en comparaison avec ceux normalisés, à la description des traitements appliqués et aux procédures expérimentales utilisées pour les caractérisations microstructurales et mécaniques. Les caractérisations détaillées des phases en termes de composition chimique, phases formées et microstructures ont été effectuées principalement par microscopie (OM) et (SEM) ainsi qu'au moyen des techniques de diffraction des rayons X. Les propriétés mécaniques englobant la dureté et la résistance à l'usure sont évaluées respectivement par les tests standard de microdureté et d'usure.

Enfin, dans un quatrième chapitre, on présente tous les résultats et les discussions sur les investigations entreprises et relatives aux deux traitements préconisés.

Les principaux résultats seront portés dans une conclusion générale.

## LES ACIERS À OUTILS

### I.1. Introduction

Les aciers à outils sont utilisés lors de la mise en forme des métaux à froid et à chaud (poinçons, matrices, cylindres de laminaires). Les aciers à outils font partie intégrante du domaine des aciers spéciaux, mais ils diffèrent sensiblement des aciers de construction mécanique. En effet, dans le cas d'un outil, on recherche le maximum de dureté, sans fixer de limite supérieure, alors que l'acier de construction mécanique doit présenter une aptitude suffisante à l'emploi avec des caractéristiques spécifiques bien déterminées à savoir la tenue en fatigue, la résistance à la rupture et l'aptitude à subir un cycle thermomécanique au cours de la mise en œuvre. Par ailleurs, l'outil est sollicité dans la plupart des cas au niveau de sa surface qui doit supporter les contraintes les plus sévères alors que les sollicitations d'un acier de construction intéressent l'ensemble du matériau [1]. De ce fait, ces aciers sont caractérisés par une dureté élevée, une bonne résistance à l'usure et une ténacité assez élevée [2].

### I.2 Classification

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

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

C'est cette dernière propriété qui permet de classer les aciers à outils en quatre groupes conformément à la norme ISO/DIS 4957 qui a remplacé la norme NF A 35590. Cette norme s'applique à toutes les normes de produits laminés à chaud ou à froid, forgés ou étirés, et ne prend en compte que les aciers ont acquis une certaine renommée internationale. Elle désigne les aciers à outils suivent quatre groupes différents:

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

Comparativement à la norme ISO/DIS 4957, la désignation américaine fait appel à des lettres qui rappellent, soit les propriétés d'emploi (H pour chaud), soit la composition chimique (T et M pour les aciers contenant du tungstène ou du

molybdène), soit les propriétés de mise en œuvre (W pour trempant à l'eau, O pour trempant à l'huile et A pour trempant à l'air).

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

C'est les plus simple puisqu'ils ne contiennent que du fer et du carbone (0,45 à 1,2 %), les autres éléments y étant présents en teneurs résiduelles variables selon les matières premières et le mode d'élaboration utilisés.

A teneur en carbone égales, ces aciers acquièrent après trempe des duretés aussi élevées que celles des aciers alliés. Ils diffèrent cependant de ces derniers, par une trempabilité plus faible, ce qui limite leur emploi à des pièces de sections relativement étroites. Leur trempabilité limitée conduit également à l'emploi de moyens de trempe énergiques : eau pure ou salée, et plus rarement pour des pièces de faible section, l'huile [3]. En contrepartie, les aciers au carbone sont moins durs à l'état recuit et présente de ce fait, une usinabilité et une aptitude de formage à froid bien meilleure [4].

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

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

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

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

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

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

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

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

Ces aciers sont répartis en trois groupes:

#### **I.2.3.1 Les aciers résistants aux chocs mécaniques**

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

### **I.2.3.2 Les aciers résistants aux chocs thermiques**

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

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

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

## **I.2.4 Les aciers rapides**

Ces aciers sont caractérisés par une très grande dureté supérieurs à 60 HRC à la température ambiante et par une très bonne dureté à chaud. Leur composition chimique comporte plus de 0,7 % de carbone et des éléments susceptibles de former des carbures : 4 % de chrome dans tous les cas, du tungstène, du molybdène et de vanadium en proportion variables, éventuellement du cobalt pour améliorer les propriétés à chaud. Ces aciers peuvent être classés suivant l'élément de l'alliage dominant en quatre groupes:

**I.2.4.1 Les aciers rapides de base**, caractérisés par une teneur en carbone comprise entre 0,8 et 1 % et une teneur en vanadium centrée sur 1 ou 2 % (HS 1-4-1, 2-9-2);

**I.2.4.2 Les aciers rapides surcarburés**, caractérisés par rapport aux précédents par une augmentation de la teneur en carbone et en vanadium dans la proportion du carbure de vanadium (HS 6-6-2, 6-5-3);

**I.2.4.3 Les aciers rapides au cobalt**, caractérisés par une addition de 5 % de cobalt pour améliorer les propriétés de dureté à chaud (HS 6-5-2-5);

**I.2.4.4 Les aciers surcarburés au cobalt**, caractérisés par de hautes teneurs en carbone et en vanadium, avec des additions de cobalt pouvant atteindre 10 % (HS 6-5-3-8) [3].

Le [Tableau 1](#) représente la désignation et la composition chimique de quelques nuances des aciers à outils de travail à chaud [5].

Tableau 1 : composition chimique, dureté à l'état recuit, température de trempe et dureté à l'état trempé et revenu des aciers à outils pour travail à chaud, d'après la norme ISO/DIS 4957 [5].												
Désignation De l'acier	Composition chimique en %						Dureté HB (à l'état recuit)	Essai de trempabilité				
	C	Si	Mn	Cr	Mo	V		W	Température de trempage °C	Milieu de trempage	Température de revenu	Dureté minimale HRC
55NiCrMoV7	0.5-0.6	0.1-0.4	0.6-0.9	0.8-1.2	0.35-0.55	0.05-0.15	--	248	850	huile	500	42
32CrMoV12-28	0.28-0.35	0.1-0.4	0.15-0.45	2.7-3.2	2.5-3.0	0.4-0.7	--	229	1040	huile	550	46
X37CrMoV5-1	0.33-0.41	0.8-1.2	0.25-0.5	4.8-5.5	1.1-1.5	0.3-0.5	--	229	1020	huile	550	48
X38CrMoV5-3	0.35-0.4	0.3-0.5	0.3-0.5	4.8-5.2	2.7-3.2	0.4-0.6	--	229	1040	huile	550	50
X40CrMoV5-1	0.35-0.42	0.8-1.2	0.25-0.5	4.8-5.5	1.2-1.5	0.85-1.15	--	229	1020	huile	550	50
50CrMoV13-15	0.45-0.55	0.2-0.8	0.5-0.9	3.0-3.5	1.3-1.7	0.15-0.35	--	248	1010	huile	510	56
X30WCrV9-3	0.25-0.35	0.1-0.4	0.15-0.45	2.5-3.2	--	0.3-0.5	8.5-9.5	241	1150	huile	600	48
X35CrWMoV5	0.32-0.4	0.8-1.2	0.2-0.5	4.75-5.5	1.25-1.6	0.2-0.5	1.1-1.6	229	1020	huile	550	48
38CrCoWV18-17-17	0.35-0.45	0.15-0.5	0.2-0.5	4.0-4.7	0.3-0.5	1.7-2.1	3.8-4.5	260	1120	huile	600	48

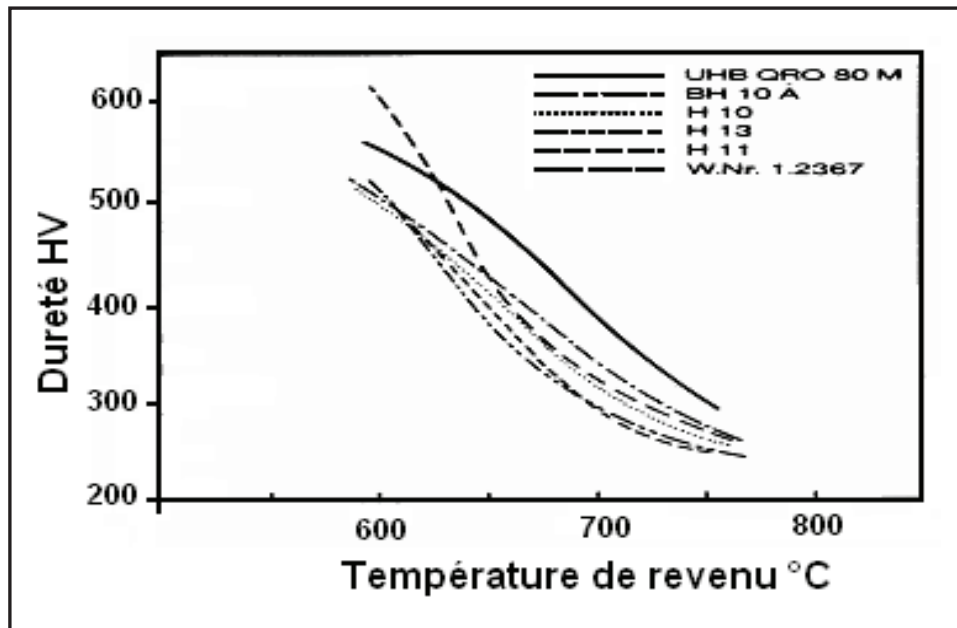


Figure 1 : évolution de la dureté en fonction de la température de revenu pour quelques nuances d'aciers à outils de travail à chaud [4].

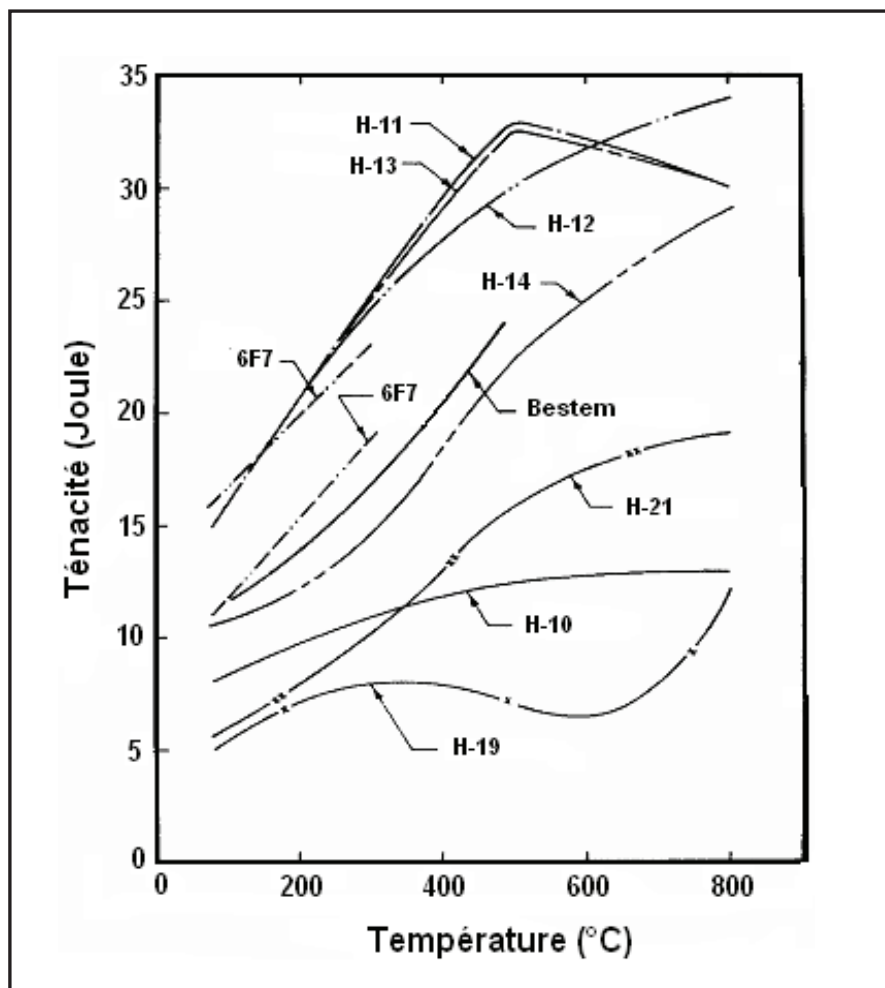


Figure 2 : Evolution de la ténacité en fonction de la température de quelques aciers à outils [4].

### **I.3 Propriétés des aciers à outils**

#### **I.3.1 La dureté**

Il faut que la dureté soit élevée si l'on veut éviter que des déformations ne se produisent en service, et si l'on veut doter l'acier d'une bonne résistance à l'enfoncement. Par ailleurs, l'acier doit souvent faire preuve d'une dureté suffisante à chaud (jusqu'à 600°C). A titre d'exemple, en [Figure 1](#) on présente la variation de la dureté en fonction de la température de revenu pour quelques aciers à outils [6].

#### **I.3.2 La trempabilité**

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

#### **I.3.3 La tenue à chaud**

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

#### **I.3.4 La ténacité**

Les cadences de fabrication étant de plus en plus élevées, il faut que les aciers à outils résistent bien aux chocs, sans se briser ni s'écailler. La [Figure 2](#) représente l'évolution de la ténacité de quelques aciers à outils en fonction de la température.

#### **I.3.5 La résistance à l'usure**

Les outils (de coupe ou de mise en forme) sont en continuel frottement avec les pièces qu'ils servent à fabriquer, ainsi, ils doivent conserver leur tranchant et leur géométrie le plus longtemps possible en l'occurrence, ils doivent présenter une bonne résistance à l'usure [6].

#### **I.3.6 La résistance aux chocs thermiques**

Plusieurs types d'outils sont soumis à des chocs thermiques sévères et nombreux, auxquels ils doivent résister sans se déformer ni se fissurer [6].

### **I.4 Composition chimique**

L'obtention de caractéristiques mécaniques que requièrent les aciers d'outillages nécessite l'ajout à l'acier de base d'un certain nombre d'éléments d'alliage carburigènes (chrome, tungstène, molybdène, vanadium) afin d'obtenir des carbures spéciaux aussi bien après l'élaboration et les transformations à chaud (carbures primaires) qu'après traitement thermique (carbures secondaires). A ces éléments d'alliages constituant la base des aciers à outils peuvent également s'ajouter d'autres éléments pour améliorer telle ou telle propriété fonctionnelle [3]:

### I.4.1 Le Carbone

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

### I.4.2 Le Chrome

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

### I.4.3 Le Tungstène

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

### I.4.4 Le Molybdène

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

### I.4.5 Le cobalt

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

### I.4.6 Le manganèse et le nickel

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

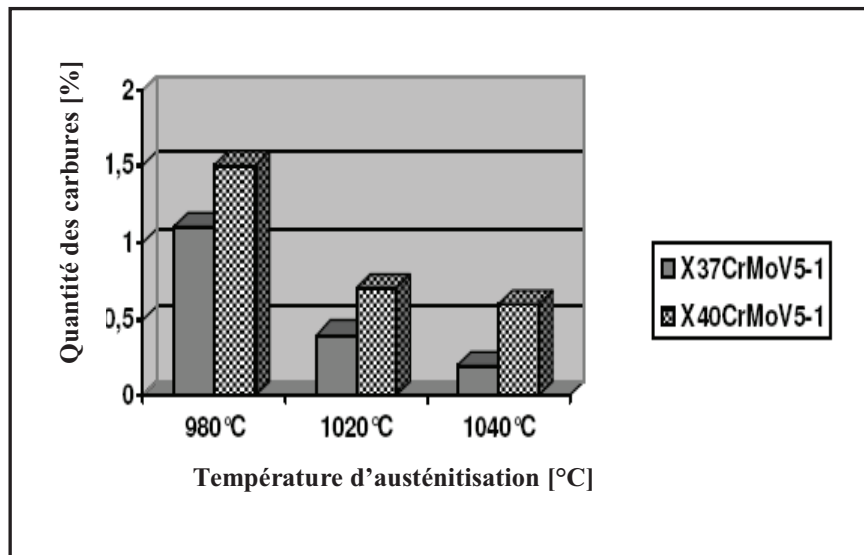
### I.4.7 Le silicium

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

### I.4.8 Le soufre

Qui peut être ajouté pour améliorer les propriétés d'aptitude à l'usinage [3].

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



**Figure 3:** Quantité des carbures en fonction de la température d'austénitisation [12].

## II. LES TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS À OUTILS

### II.1 Introduction

En général, les nuances standardisées d'acier tels que AISI H11 et H13 sont les plus utilisées. Cela est confirmé par l'existence d'une large littérature, comprenant les différents aspects tels que la composition chimique, la durée de vie et la ténacité de la surface des pièces, utilisant des traitements thermiques classiques [7-10]. Ces traitements thermiques "classiques" sont réalisés afin d'obtenir une microstructure martensitique ayant une dureté maximale conférant au matériau une appréciable résistance à l'usure [11].

Les principaux objectifs poursuivis peuvent être décrits comme suit :

- produire des modifications de la nature des constituants présents, sans changement de la composition chimique globale moyenne. Ces constituants peuvent être en équilibre ou hors équilibre en fin d'opération. Les principaux traitements de ce type sont le traitement de durcissement par trempe, le traitement de durcissement par précipitation, le recuit et le traitement par le froid.

- Produire des modifications microstructurales dimensionnelle et de la répartition des constituants sans modification de leur nature. Les principaux traitements de ce type peuvent être le recuit de globularisation, le traitement d'affinage structural, le recuit de grossissement de grain, le traitement de recristallisation et le traitement de normalisation.

- Provoquer la formation de microstructures favorables, par exemple à l'usinage ou à la mise en forme par déformation à froid. Les principaux traitements de ce type sont le traitement d'adoucissement et le revenu.

- Eliminer ou réduire les contraintes internes propres ou modifier leur répartition, par modification de la microstructure. Le revenu de détente en est l'exemple le plus courant.

- Provoquer le rétablissement des propriétés physiques ou mécaniques de l'acier écroui sans modifier la structure par un traitement de restauration.

- Atténuer les hétérogénéités de composition chimique par un recuit d'homogénéisation [2].

Les traitements thermiques adéquats des aciers de travail à chaud sont de grande importance pour les propriétés de leur mise en service.

Les aciers à outils sont habituellement livrés à l'état recuit à partir duquel la microstructure est composée d'une matrice ferritique englobant des carbures plus ou moins globulaires. Habituellement, les aciers à outils de travail à chaud présentent une teneur en carbure de 5 % à l'état recuit. Le durcissement de l'acier, nécessite la dissolution de la plupart des carbures dans la matrice. A titre d'exemple, La [Figure 3](#) représente la quantité des carbures en fonction de la température d'austénitisation de deux types d'acier à outils H11 et H13 [12]. Il y est remarquable que plus la température d'austénitisation est élevée plus la dissolution des carbures est importante impliquant toutefois un problème de grossissement de grains.

### II.2 Recuit et traitements connexes

Au cours de son histoire, un acier peut se trouver dans des états hors équilibre provoqués par des traitements thermiques ou mécaniques antérieurs (ségrégation au cours du processus de solidification, écrouissage par déformation à froid, contraintes

de soudage, etc.). Un certain nombre de traitements thermiques sont adaptés à la réduction, voire à l'élimination des effets néfastes de tels états, en vue d'opérations ultérieures du matériau ou de son utilisation appropriée de mise en service. Parmi ces traitements, les recuits forment un ensemble visant l'obtention d'états proches de l'équilibre stable. Le cycle thermique de traitement comprend:

- un chauffage jusqu'à une température dite de traitement dépendant du type de "correction" à réaliser;
- un maintien isotherme à la température de traitement;
- un refroidissement à l'air calme ou au four selon les besoins [2].

## **II.2.2 Types de recuit**

### **II.2.2.1 Recuit de normalisation**

Chauffage dans le domaine austénitique ( $50^{\circ}\text{C}$  au-dessus de la température d'austénitisation,  $A_3$ ) et maintien pendant environ une heure suivi d'un refroidissement à l'air. La structure obtenue est un mélange de ferrite et de perlite fine. Une microstructure uniforme (affinement du grains) et une amélioration des propriétés de l'acier après une déformation à chaud sont recherchées.

### **II.2.2.2 Recuit complet**

Semblable à la normalisation ce traitement est toutefois destiné à l'obtention d'une perlite plus grossière et à un adoucissement plus marqué des propriétés; le refroidissement est dans le four.

### **II.2.2.3 Recuit de coalescence**

Chauffage et maintien prolongé à une température légèrement inférieure à la température de début de transformation  $A_1$ . L'obtention d'une perlite globularisée est visée, afin de rendre les aciers durs plus facilement usinables. La structure obtenue est moins dure que celle d'une perlite lamellaire.

### **II.2.2.4 Recuit de recristallisation**

Chauffage dans le domaine ferritique (entre  $500$  et  $700^{\circ}\text{C}$ ) et contrôle du refroidissement; ce traitement est appliqué aux produits déformés à froid afin d'éviter les structures d'écrouissage et faciliter ainsi une mise en forme ultérieure.

### **II.2.2.5 Recuit de détente**

Chauffage dans le domaine ferritique (entre  $500$  et  $650^{\circ}\text{C}$ ) avec refroidissement lent. Ce traitement est destiné à réduire, voire éliminer les contraintes internes engendrées au cours de la fabrication [3].

### **II.2.2.6 Recuit d'homogénéisation**

Lors de la première solidification, des phénomènes de ségrégation ont lieu se traduisant par une répartition hétérogène à l'échelle du grain austénitique des éléments d'addition et du carbone. Cette hétérogénéité chimique, qui se conserve



Figure 4: structure d'un acier **AISI H11** à l'état recuit [12].

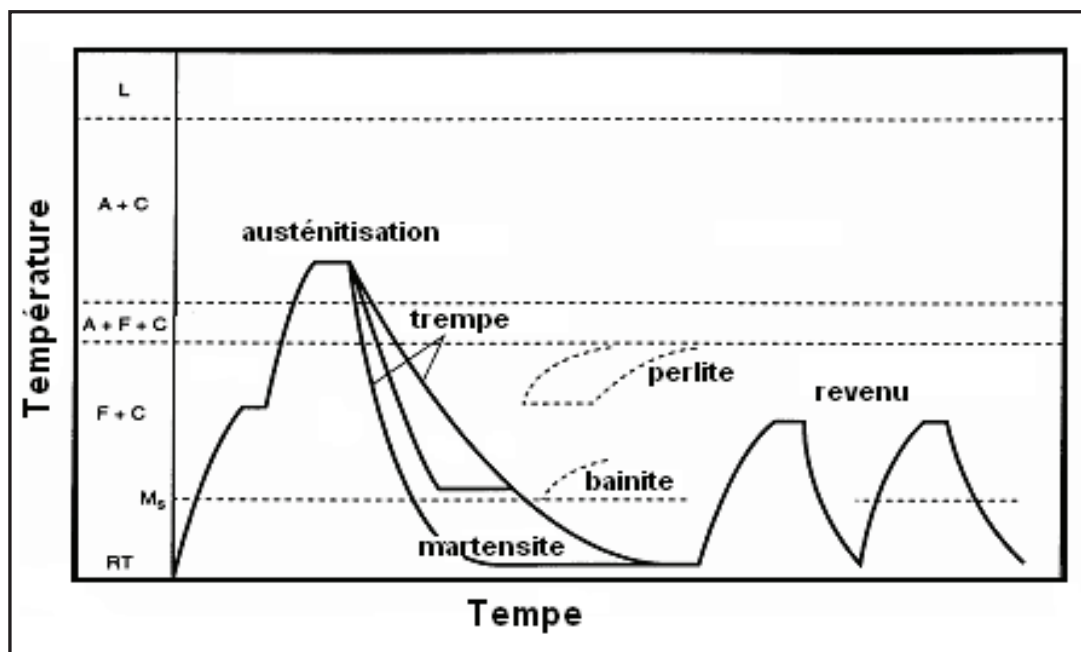


Figure 5: cycle de traitement thermique des aciers à outils [4].

plus ou moins lors des transformations ultérieures, est néfaste pour les propriétés du métal (réponse au traitement thermique de trempe, difficulté de travail à chaud). Le recuit d'homogénéisation permet d'éliminer ou réduire cette hétérogénéité en maintenant l'acier dans le domaine austénitique. L'homogénéisation a donc lieu par diffusion dans la phase  $\gamma$  à une vitesse d'autant plus grande que la température de maintien est plus élevée. Cette température est généralement comprise entre 1000 et 1200 °C [2]. La Figure 4 représente la structure d'un acier à outils H11 recuit à 950 °C [12].

### II.3 Traitement de durcissement par trempe

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

- **Condition métallurgique**

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

- **Condition thermique**

Possibilité de refroidir l'acier à une vitesse suffisante à partir de l'état initial (austénitique) de manière à provoquer la formation des constituants hors équilibre recherchés. Ce mode de durcissement comporte en général les étapes suivantes : austénitisation, trempe et revenu [2]. La Figure 5 illustre le cycle de traitement des aciers à outils [4].

#### II.3.1 Austénitisation

L'austénitisation est la phase de traitement thermique pendant laquelle la structure des aciers à outils est transformée en austénite. Les propriétés physiques et mécaniques dépendent de la vitesse de chauffage, de la température de maintien et du temps de maintien. La première étape du durcissement correspond à l'austénitisation caractérisée par une structure biphasée contenant l'austénite et des carbures non dissous. Plus la température d'austénitisation est élevée, plus la vitesse de dissolution des carbures est grande.

Les carbures dissous enrichissent la structure austénitique en carbone et en éléments d'alliages. Lors de la trempe ces carbures peuvent précipiter au niveau des joints des grains réduisant ainsi la résistance de l'acier [4]. Généralement, une température d'austénitisation égale à 1050 °C donne lieu à une meilleure dissolution des carbures primaires présents à l'état recuit, notamment celle des carbures de vanadium [13,14].

La matrice austénitique conduit à une structure martensitique riche en carbone, donc plus dure. Par conséquent, les températures d'austénitisation élevées conduisent à des structures conférant aux matériaux une plus grande limite élastique. Mayer et al. [15], confirment qu'une structure martensitique pure (la teneur de l'austénite résiduelle est négligeable) est caractérisée par sa résistance et sa



**Figure 6:** la structure austénitique d'un acier H11 [17].

ténacité élevées, d'autre part, Schmidt [16] affirme qu'une trempe très rapide permet d'éviter la formation de la structure bainitique et d'atteindre ainsi une dureté maximale

### II.3.2 Influence des éléments d'alliages sur l'austénitisation

Les éléments d'alliages agissent sur le processus d'austénitisation :

- par leur caractère alphasène ou gammagène (étendue et position du domaine  $\gamma$  et des points  $A_3$ ,  $A_{cm}$  et  $A_1$ ) ;
- par leur caractère carburigène ou non carburigène. Les cémentites et carbures alliés sont plus stables et ont une solubilité plus faible que  $Fe_3C$ .

La présence d'éléments carburigènes dans un acier agit sur :

- la composition de la phase  $\gamma$  en fin d'austénitisation par ralentissement et limitation de la mise en solution des éléments carburigènes et du carbone; la composition de l'austénite peut ainsi être différente de celle globale de l'acier;
- la grosseur du grain  $\gamma$ : la présence de fins carbures ou carbonitrides dans les précipités aux joints de grain rend plus difficile la migration de ces derniers. Les carbures et les carbonitrides de V, Ti et Nb, très stables, favorisent l'obtention de grains fins même à des températures élevées [2], phénomène illustré en Figure 6 par une structure austénitique de l'acier AISI H11 (X38CrMoV5).

### II.3.3 Température d'austénitisation selon le type d'acier à outils

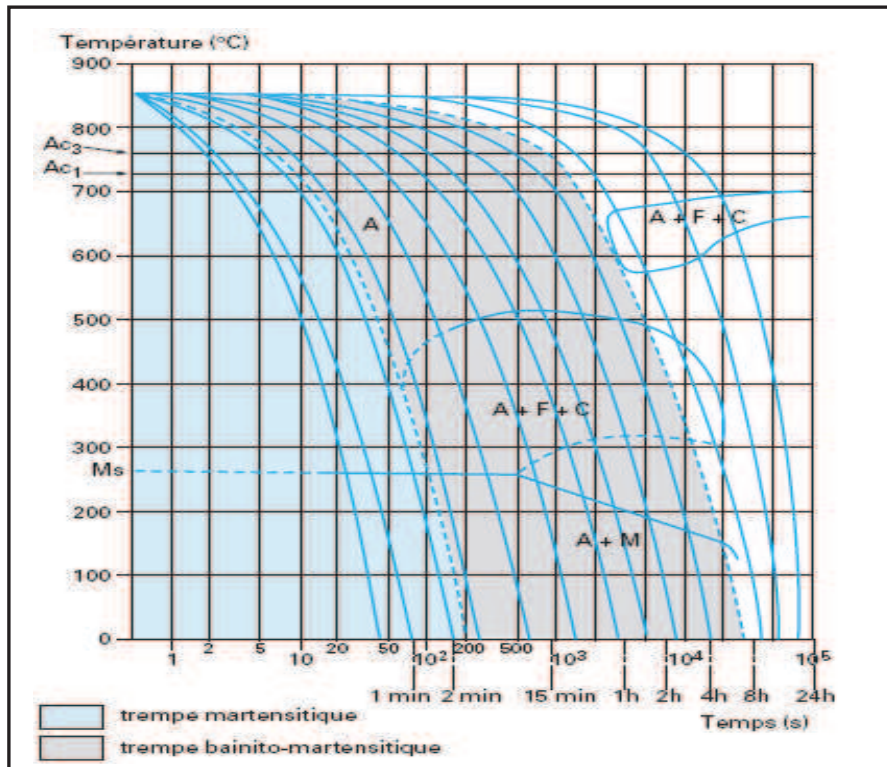
La formation de l'austénite commence vers 720 °C dans le cas d'un acier à outils non allié; cette température se trouve fortement augmentée par les éléments alphasène (Cr, W, Mo, V, et Si...) et abaissée par les éléments gammagène (Mn et Ni,...).

#### II.3.3.1 Aciers à outils faiblement alliés

A l'état recuit, ils présentent une structure constituée par de ferrite et de carbures de type  $M_3C$ . La température de trempe choisie en général est de 50°C au-dessus du point correspondant à la fin de transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ , c'est-à-dire en moyenne entre 800 et 900 °C. Cette température est un bon compromis entre une mise en solution suffisante des carbures et une taille correcte des grains. La règle habituelle de 30 min de maintien par 25 mm d'épaisseur est tout à fait satisfaisante dans le domaine de température de 800 et 900 °C.

#### II.3.3.2 Aciers à outils alliés

La température d'austénitisation est plus élevée car la mise en solution des carbures  $M_7C_3$ ,  $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$  et  $MC$  est plus difficile que celle des carbures  $M_3C$ . Pour la très grande majorité de ces aciers, la courbe de variation de la dureté en fonction de la température d'austénitisation présente un maximum qui varie, selon la teneur en éléments d'alliage, entre 900 et 1200 °C. Au-delà de la température correspondant au maximum de dureté, la remise en solution du carbone et des éléments carburigènes abaisse suffisamment les températures  $M_s$  et  $M_f$  ce qui aura pour effet de produire plus d'austénite résiduelle.



**Figure 7:** Délimitation des conditions de refroidissement permettant de réaliser une trempe martensitique ou bainito-martensitique [18].

Entre 1050 et 1250° C, températures utilisées pour les aciers à outils les plus alliés (aciers à outils lédeburitiques et aciers rapides), afin d'éviter les phénomènes d'oxydation et de décarburation, il est recommandé d'utiliser les bains de sels avec un maintien de 2 min pour 15 mm d'épaisseur lorsque la température de trempe est supérieure ou égale à 1200 °C et 4 min pour 15 mm d'épaisseur lorsque la température de trempe est inférieure à 1200° C [5].

### II.3.4 La trempe

Le refroidissement doit être suffisamment rapide afin d'éviter la transformation de l'austénite en ferrite, perlite et bainite et d'obtenir plutôt une transformation martensitique [3]. Lors de la trempe, le coeur des outils (pièces) subit des vitesses de refroidissement plus lentes que celles de la surface. Ces vitesses sont assez lentes pour produire la structure non martensitique (perlite et bainite) au centre des pièces [4]. Le diagramme TRC de l'acier permet de définir, pour la procédure d'austénitisation correspondante, les conditions de refroidissement qui provoquent la transformation de l'austénite en martensite (ou éventuellement en martensite + bainite); (Fig. 7) [16]. La formation des carbures MC et/ou  $M_7C_3$  au cours de la trempe peut jouer un rôle très important dans l'amélioration de la résistance à l'usure en augmentant la dureté de la surface, cependant les carbures de type  $M_{23}C_6$  sont moins résistants et tendent à diminuer la résistance au fluage des aciers à outils [18].

### II.3.5 Milieux de trempe

Dans la pratique, la trempe est généralement réalisée par immersion de la pièce dans un milieu qui extrait la chaleur contenue dans celle-ci, ce milieu peut être :

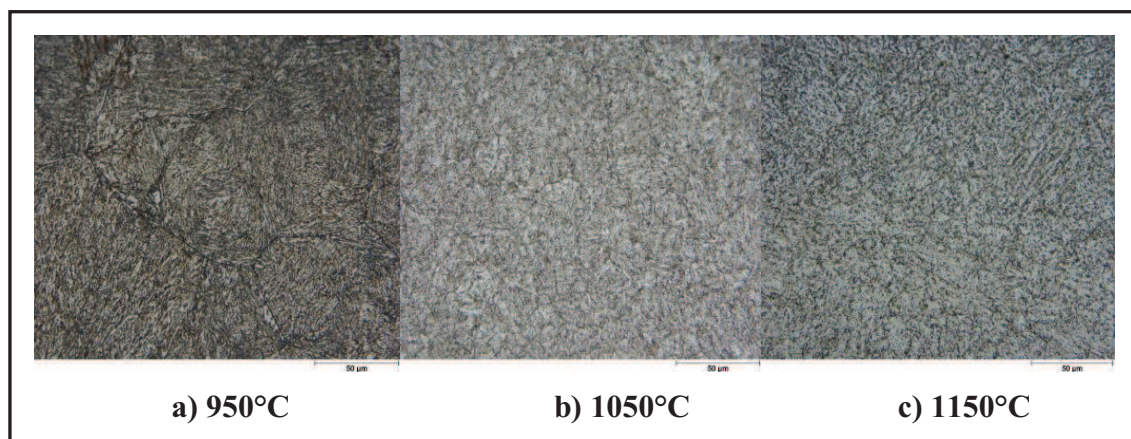
- gazeux : air, gaz ( $N_2$ ,  $Ar$ ,  $H_2$ ,  $He$ , etc.);
- liquide : eau, huiles et bains de sels fondus (l'eau et les huiles peuvent contenir des additifs qui modifient leur pouvoir refroidissant);
- mixte : brouillard (gaz + liquide atomisé), lit fluidisé (gaz + solide pulvérulent).

Le milieu de trempe peut être plus ou moins agité (brassage) ou projeté (refroidissement par aspersion). Le refroidissement en chaque point d'un volume d'acier dépend :

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

### II.3.6 Le revenu

Le revenu est un traitement thermique auquel est soumis l'acier après durcissement par trempe pour amener ses propriétés au niveau souhaité. Il comporte un ou plusieurs chauffages à des températures déterminées ( $<A_1$ ) avec maintien à ces températures, suivi de refroidissements appropriés. Le revenu peut engendrer une baisse de dureté ou au contraire une augmentation de celle-ci lorsque intervient le "*durcissement secondaire*". Le revenu est généralement effectué à une



**Figure 8:** différentes structures d'un acier H11 après trempe et revenu.

température comprise entre 500 °C et  $A_1$  pour provoquer la précipitation complète du carbone sous forme de carbures stables à haute température. Il permet d'obtenir une amélioration importante de la ductilité et de la ténacité alors que des diminutions de la dureté, de la résistance à la traction et de la limite élastique peuvent être observées. Toutefois, il peut y avoir une augmentation de la dureté s'il y a "durcissement secondaire", lequel est défini comme étant le durcissement de l'acier obtenu à la suite d'un traitement de revenu réalisé après durcissement par trempe. Ce durcissement est dû à la précipitation d'un composé ou à la formation de martensite ou de bainite à partir de l'austénite résiduelle décomposée au cours du revenu, ou déstabilisée pendant celle-ci, puis transformée pendant le refroidissement [19].

En général, les aciers à outils subissent un double revenu pour convertir l'austénite résiduelle en martensite et d'autres phases plus stables. Après la trempe, le premier revenu relaxe les contraintes résiduelles brutes de trempe et permet d'obtenir une martensite revenue et la précipitation de carbures secondaires. L'austénite résiduelle, issue de la première trempe, se transforme en martensite secondaire après le premier revenu. La martensite secondaire est ensuite adoucie pendant le second revenu [20,10]. Le travail accompli par Dobrzanski et al. [21] sur l'acier H13 conduit à une dureté optimale de 53,5 HRC après trempe et revenue à 1060 et 510 ° C respectivement. La Figure 8 représente les différentes structures d'un acier à outils de travail à chaud H11 austénitisé et double revenu à différentes températures. La température du second revenu ne joue pas sur la diversité des carbures puisque l'on retrouve les mêmes types de précipités à la fin du premier revenu. Si le second revenu est effectué à une température inférieure à 600 °C, la coalescence des carbures n'est pas observée, mais la forte densité de dislocations introduite au cours de la trempe diminue. Cependant, Si le revenu secondaire est réalisé à une température supérieure à 600° C, il conduira à la coalescence des précipités  $M_{23}C_6$  issus du premier revenu [10].

Vojteh et al. [22] ont étudié l'influence de la température d'austénitisation et celle du revenu sur la dureté et la ténacité de l'acier AISI H11. Ils confirment que ces propriétés sont fortement influencées par les changements des températures de trempe et de revenu, et proposent un digramme de revenu combiné (dureté Rockwell – Facteur d'intensité des contraintes  $K_{IC}$  – température de revenu) pouvant être utilisé pour la sélection des paramètres du traitement thermique permettant l'obtention de propriétés optimisées de l'acier étudié pour une application donnée. Par ailleurs, Jens et al. [23] ont trouvé que la résistance à la fatigue thermique est fortement liée aux températures d'austénitisation différentes et que l'endommagement par la fatigue thermique dépend de la température du test. D'autre côté O. Barrau [24] étudiant les mécanismes d'usure de l'acier H11 (pion) à différentes températures en contact avec un acier XC18 (disque), a trouvé que l'usure est essentiellement due par abrasion. Les résultats présentés dans ce travail mettent l'accent sur la présence, à la surface des pions en acier H11, d'une zone déformée plastiquement par compression. O.Barrau estime qu'il y a une compétition entre l'abrasion et la déformation conduit à l'endommagement des pions. Il a trouvé aussi, que les oxydes formés à haute température jouent le rôle du lubrifiant solide par la formation d'une surface dite "glassée"

### III LES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES

#### III.1 Introduction

Les traitements thermochimiques des aciers sont employés dans le but d'améliorer leurs propriétés surfaciques. Le mécanisme essentiel est la diffusion d'une ou plusieurs espèces chimiques dans l'acier à une température généralement élevée. Dans certains cas, le processus est suivi d'une trempe et d'un revenu alors qu'il exige seulement un refroidissement à l'air dans d'autres cas. L'espèce diffusant peut être le carbone, l'azote ou le bore, ainsi les processus sont nommés cémentation, carbonituration, nituration, nitrocarburation ou boruration. Ces traitements de surfaces ont une grande importance industrielle parce que les propriétés mécaniques et chimiques des couches extérieures des pièces traitées peuvent être améliorées. Selon le processus choisi, la surface traitée présentera une résistance à l'usure et à la corrosion améliorée avec une dureté élevée [25,26].

#### III.2 Cémentation

La cémentation est le procédé le plus ancien de la saturation de la surface de l'acier par le carbone. Elle est utilisée afin d'obtenir une dureté et une résistance à l'usure élevées des couches superficielles tout en conservant un cœur doux et tenace. L'opération est réalisée dans un milieu susceptible de céder du carbone à l'acier porté à une température supérieure à  $A_{C_3}$ , le plus souvent entre 850 °C et 1000 °C [27]. Le durcissement est accompli lorsque la couche enrichie en carbone est trempée pour former de la martensite conduisant à une bonne résistance à l'usure et à la fatigue [28,29].

La trempe est réalisée soit directement après cémentation (trempe directe) soit après refroidissement du métal et réchauffage ultérieur. La couche cémentée atteint le maximum de dureté (environ 800 à 900 HV) après la trempe martensitique pour des tenures en carbone voisines de l'eutectoïde. Un éventuel revenu de détente (entre 180°C et 200 °C) après trempe ramènerait la dureté aux environs de 600 HV à 760 HV [30].

La profondeur de cémentation est fonction du temps, de la température et du potentiel de carbone en surface. La profondeur de cémentation est plus grande après un long temps de maintien et un potentiel élevé de carbone produit une quantité élevée de carbone en surface. Le choix de l'atmosphère a également une grande influence sur le processus de cémentation. Les différentes atmosphères employées dans l'industrie de cémentation impliquent la dissociation des composants de l'atmosphère en surface de l'acier; ainsi le carbone libéré est aisément dissous par la phase d'austénite et peut diffuser dans la pièce [31]. En outre, certains éléments d'alliage peuvent agir d'une manière sensible sur la vitesse de diffusion du carbone au cours de la cémentation [32].

### III.3 Techniques de cémentations

Les agents de carburation peuvent être solides, liquide ou gazeux.

#### III.3.1 Cémentation solide

L'agent de saturation dans cette opération est un ciment solide, le plus souvent le charbon de bois. Pour accélérer la cémentation, on ajoute au charbon des activateurs dont le carbonate de baryum  $BaCO_3$  et le carbonate de sodium  $Na_2CO_3$  à raison de 10 à 40 % du poids du charbon. Le ciment solide largement utilisé se compose de charbon de bois, de 20 à 25% de  $BaCO_3$  et jusqu'à 3.5% de  $CaCO_3$ .

Les pièces sont placées dans des caisses soudées en acier, ou plus rarement, en fonte. La température de cémentation varie de 900 à 940 °C.

Après cémentation, les caisses ne sont ouvertes qu'après leur refroidissement à l'air jusqu'à 400 ou 500°C. Le carbone atomique est obtenu de la manière suivante :



L'addition du carbonate rend le ciment beaucoup plus actif et enrichit l'atmosphère carburante en oxyde de carbone :



#### III.3.2 Cémentation liquide

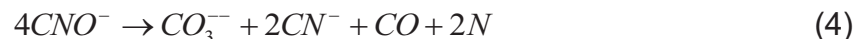
Les pièces sont plongées dans un bain de sel fondu à base de cyanure de baryum et de sodium vers 980°C. Cette technique relativement simple de mise en œuvre permet un chauffage homogène et une action chimique régulière.

- **Chimie des bains**

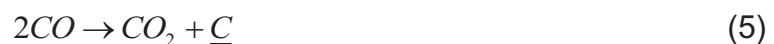
Au contact de l'air le cyanure de sodium s'oxyde en formant du cyanate  $NaCNO$  ( $Na^+CNO^-$ ) :



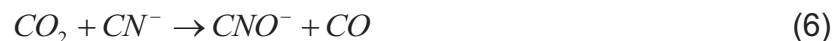
À la température de traitement le cyanate se décompose en carbonate et en cyanure et libère du monoxyde de carbone et de l'azote actif :



L'azote diffuse dans le fer alors que le CO se décompose en surface des pièces.



Le dioxyde de carbone formé est immédiatement réduit en oxyde de carbone par le cyanure, avec transformation en cyanate qui est de fait le véritable agent actif du bain :



Le carbonate produit dans la réaction (4) est stable à la température d'emploi du bain, c'est un produit de fin de réaction dans lequel se décomposera tout le cyanure.

Une partie du  $CO$  formé lors de la réaction (4) vient brûler en surface et ne conduit pas à la réaction (5) de cémentation.

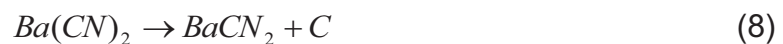
Si le bain est insuffisamment aéré, le cyanure se décompose en cyanamide avec formation de carbone.



Cette réaction exclut la diffusion d'azote, elle devrait être recherchée si on cherche à privilégier la cémentation par rapport à la carbonituration. Toutefois, elle est plus rapide que la réaction d'absorption et diffusion du carbone par l'acier et conduit à un épaississement du bain et à la formation d'une croûte importante en surface due aux remontées de carbone.

Lors de la sortie des pièces du bain, les particules de carbone se collent sur leur surface, gênent la trempe et sont souvent la cause de plages douces.

Pour éviter ces inconvénients, on emploie des diluants et des activateurs. Les diluants n'interviennent pas sur la réaction de carburation, ils agissent seulement sur la température de fusion et sur la viscosité du bain. Ce sont des chlorures alcalins ( $NaCl$ ,  $KCl$ ). Les activateurs ont pour effet de favoriser et contrôler la réaction de décomposition du cyanure en cyanamide (réaction 7). C'est le plus souvent du chlorure de baryum ( $BaCl_2$ ) additionné d'un peu de chlorure de strontium ( $SrCl_2$ ). Le baryum complexe le radical cyanamide et la réaction devient [1] :



### III.3.3 Cémentation gazeuse

La cémentation gazeuse est la plus employée. Elle se fait industriellement à partir d'atmosphères obtenues par installation et décomposition à chaud (combustion) d'hydrocarbures, atmosphère qui sont caractérisées par leur potentiel carbone. Le potentiel carbone d'une atmosphère est défini comme étant « la teneur en carbone à la surface d'un échantillon de fer pur en équilibre avec le milieu de cémentation considérée dans les conditions retenues ». Il y a carburation si, initialement l'activité du carbone dans le métal est inférieure au potentiel carbone de l'atmosphère. Dans le cas inverse, il y a décarburation du métal. Quand ces deux variables sont égales le système est à l'équilibre et n'évolue pas.

Les gaz tels que l'oxyde de carbone et le méthane réagissent à chaud à la surface de l'acier, de telle sorte que le carbone libéré s'insère dans le réseau cubique à face centrée du fer.



Au cours de la cémentation, il peut y avoir dans la partie superficielle de la couche enrichie, une oxydation des éléments manganèse, chrome et silicium présents dans l'acier. Par suite de la diminution de la trempabilité qui en résulte, il peut y avoir au cours de la trempe formation de constituants autres que la martensite qui auront pour effet d'abaisser notablement la résistance à la fatigue [33].

La formation des oxydes internes est un phénomène typique dans la cémentation gazeuse [34-37]. la quantités des oxydes internes formés et leur profondeurs dépend des condition de la cémentation (température, temps...), plus la profondeur de la

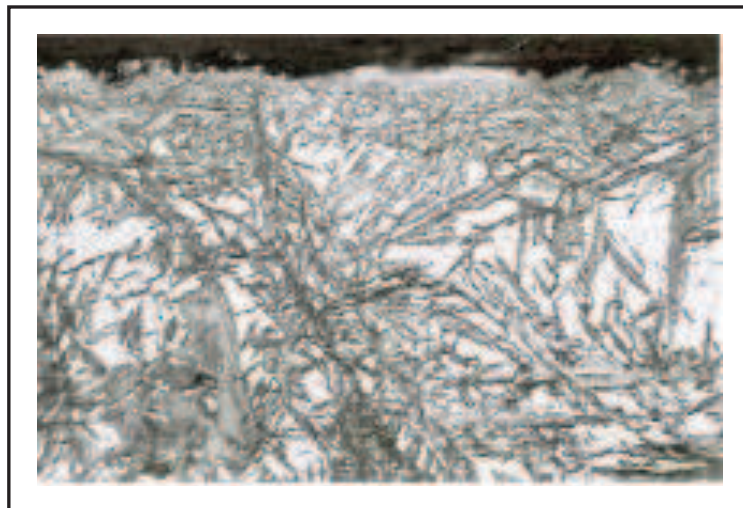


Figure 9: Austénite résiduelle dans une couche cémentée et durcie par trempe [38].

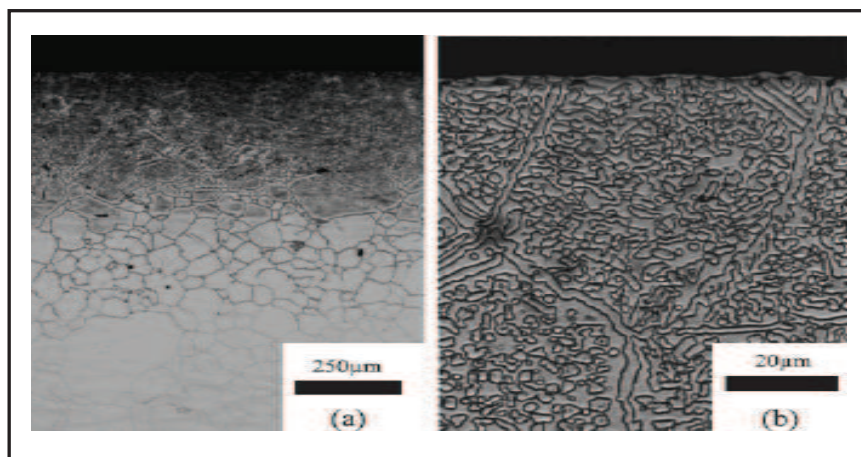


Figure 10: Micrographie d'une couche cémentée par plasma pendant 2 h d'un acier SUS 316 L [39].

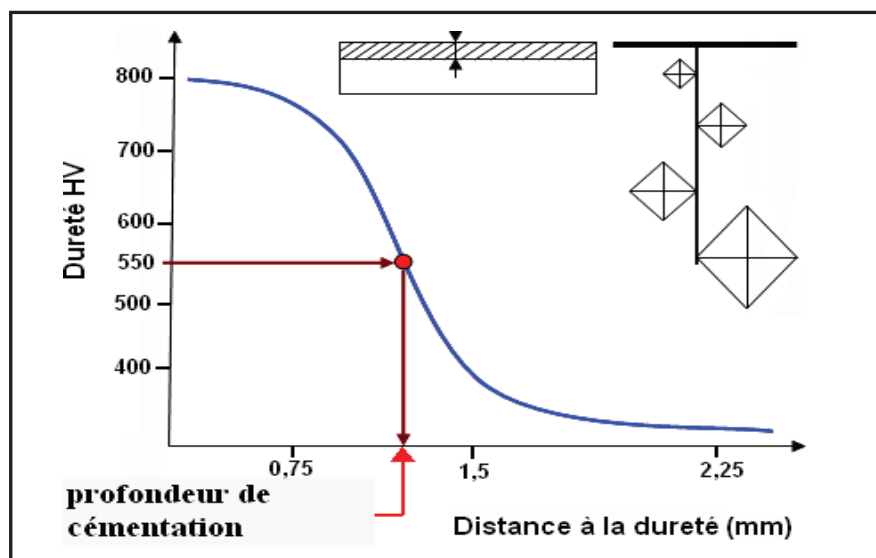


Figure 11 : profondeur conventionnelle de cémentation [2].

couche cémentée est grande, plus la profondeur des oxydes internes est importante. Les oxydes peuvent être formés soit au niveau des joints de grains austénitiques soit à l'intérieure des grains. Ceci peut influencer sur la résistance à la fatigue des outils. La [Figure 9](#) représente la structure d'une couche cémentée à 980°C pendant 2h (33%  $H_2$ , 28%  $CO$ , 0.8%  $CH_4$ , enrichi avec propane  $C_3H_8$ ), indiquant la présence d'une oxydation interne [38].

### III.3.4 Cémentation ionique

Les pièces à cémenter sont placées en position de cathode à l'intérieur d'une enceinte contenant un hydrocarbure sous pression réduite. L'application d'une différence de potentiel électrique entre une anode et une cathode (la pièce) conduit à la formation d'une décharge électrique dans l'enceinte et d'une couche luminescente qui entoure la pièce, dont le chauffage est assuré par le plasma. De façon très simplifiée, les gaz carburants sont dissociés pour fournir du C libre selon l'expression :



Par rapport aux autres techniques de cémentation, la cémentation par plasma présente les avantages suivants :

- Possibilité d'effectuer un décapage ionique préalable de la surface à cémenter afin de la nettoyer ;
- Transfert plus rapide de carbone dans l'acier ;
- Meilleur contrôle des paramètres de traitement et de la productivité ;
- Plus basse consommation de gaz et d'énergie ;
- Absence de pollution de l'environnement ;
- Plus grande propreté et absence d'oxydation superficielle des pièces traitées ;
- Possibilité de réaliser des zones cémentées très précisément délimitées [19].

La [Figure 10](#) représente une couche cémentée par plasma d'un acier SUS 316L.

### III.4 Profondeur cémentée

La couche traitée peut être caractérisée par le profil de microdureté qui permet de mesurer l'épaisseur efficace de la couche, appelée "*profondeur conventionnelle de cémentation*". Elle est définie par la distance à la surface du point pour lequel la dureté a une valeur égale à 550 HV, [Fig. 11 \[2\]](#). La profondeur de durcissement par cémentation dépend partiellement de la trempabilité des aciers, mais surtout des conditions du traitement. L'épaisseur visée pour la couche cémentée varie selon la destination et le volume de la pièce. Les épaisseurs importantes (0.8mm à 1.8 mm ou plus) sont réservées à des pièces devant résister à l'usure et des pièces de forte section. Pour les pièces moyennes de faibles sections, tels que les engrenages d'automobile, des épaisseurs de 0.2 mm à 0.8 mm peuvent être suffisantes [37].

K. Olga [39] a montré que les aciers ayant des concentrations élevées en éléments gammagène (Si, Ni) augmentent la diffusivité du carbone dans l'austénite mais réduisent la cinétique de transfert du carbone à partir de l'atmosphère vers la surface de l'acier, par contre, les aciers avec des éléments carburigène (Cr, Mo) augmentent le coefficient de transfert de masse dans l'atmosphère en améliorant l'évolution du profil de carbone.

### III.5 Traitements thermiques après cémentation

Pour donner aux pièces leurs propriétés finales, on les soumet après cémentation à des traitements thermiques dont le but est :

- De corriger la structure et d'affiner le grain au cœur et dans la couche cémentée.

- D'obtenir une dureté élevée de la couche cémentée et de bonnes propriétés mécaniques de cœur.

- D'éliminer le réseau de carbure dans la couche cémentée, qui peut apparaître par suite de la sursaturation en C [33].

Le traitement thermique conduit dans la couche cémentée à une structure composée de martensite d'une certaine quantité d'austénite résiduelle et des carbures. L'opération terminale des pièces ayant subi la cémentation est un revenu à basse température à 160 ou 180 °C, qui transforme la martensite de trempe de la couche superficielle en martensite de revenu assurant ainsi un adoucissement.

Dans le cas d'une trempe d'aciers fortement alliés, la structure de la couche cémentée garde en quantité (jusqu'à 50%) de l'austénite résiduelle qui altère la propriété de dureté. Après trempe, ces aciers sont traités à froid contribuant à la transformation de la plus grande partie de cette austénite en martensite.

La quantité d'austénite résiduelle peut être diminuée en réduisant la quantité de carbone dans la couche ou en ajoutant dans le four, avant l'achèvement du processus, de l'ammoniac pour former des nitrures des éléments d'alliages.

La cémentation suivie d'un traitement thermique élève la limite de fatigue des pièces par suite de la formation dans la couche cémentée de contrainte de compression résiduelles importantes. La limite à la fatigue peut être encore élevée par écrouissage réalisé par grenailage [17].

### III.6 Aciers pour cémentation

Ce sont des aciers à grains fins et à basse teneur en carbone (0.10% et 0.20 %). les éléments d'alliage sont choisis en fonction de la massivité des pièces et des caractéristiques à cœur visées, ce sont :

- Aciers de construction non alliés et alliés spéciaux pour cémentation.
- Acier au carbone XC10-XC12-XC18.
- Acier au manganèse chrome 16MC5-20MC5.
- Acier au chrome – molybdène 18 CD4.
- Acier au nickel – chrome 10NC6-16NC6-20NC6-14NC11.
- Acier au nickel – chrome – molybdène 20NCD2-18NCD6.
- Acier au bore 21B3-20MB5-19NCDB2.
- Aciers de cémentation pour organes mécaniques massifs hautement sollicités.
- Aciers au nickel – chrome 16NC6-18NC8.
- Aciers au nickel – chrome – molybdène 16NCD13 [40].

### III.7 Propriétés des pièces cémentées

Les propriétés de surface conditionnent la tenue des pièces en frottement (usure et fatigue). On cherche généralement à réaliser des couches superficielles de propriétés particulières (notamment de dureté élevée) s'appuyant sur un cœur peu fragile (donc moins dur) donnant à la pièce, dans son ensemble, une combinaison

exceptionnelle de propriétés (résistance au frottement, à l'usure, à la fatigue et ténacité). On rencontrera donc très souvent, la macrostructure suivante :

- une couche superficielle présentant, en général, une dureté élevée ( $\approx 700$  HV ou plus) et des contraintes résiduelles de compression importantes (plusieurs centaines de MPa) ; l'épaisseur de cette couche peut varier de 0,1 à plusieurs millimètres ;

- un coeur constituant la partie restante de la pièce, de dureté beaucoup plus faible (inférieure en général à 400 HV).

La formation de carbure est favorisée par la température de revenu à  $200^{\circ}\text{C}$ . Il a été rapporté que l'acier cémenté et revenu à cette température acquiert des propriétés mécaniques excellentes [41]. En contre partie selon Christiansen et al. [42], la décomposition de l'austénite qui a permis la précipitation des carbures de chrome se traduira, par conséquent, à la rétraction du chrome de la solution solide; ainsi, les propriétés favorables de la résistance à la corrosion de l'acier seront affectées.

### III.7.1 Usure

L'usure correspondant à l'ensemble des phénomènes conduisant à des pertes de masse ou à des évolutions géométriques significatives du contact pouvant s'accompagner d'effets secondaires liés au jeu dans le mécanisme en mouvement, à la perte de cote, à l'émission de débris, à l'endommagement de surfaces. En réalité ces mécanismes, dits d'usure, sont des mécanismes de transformations tribologiques de surface avec ou sans détachement de particules ; et l'usure, au sens de la mécanique, se traduit par l'émission de débris hors du contact dans le respect de la conservation des débits [43].

#### III.7.1.1 Les différents types d'usure

Les mécanismes de dégradation des surfaces rencontrés sont nombreux et variés comme on peut le constater dans le [Tableau 2](#).

**Tableau 2** : Différentes formes d'usure [43].

Forme d'usure	Manifestation	Circonstances d'apparition
Usure par adhésion	Des particules sont transférées d'un corps sur l'autre ; si les matériaux sont de natures différentes, le transfert s'effectue préférentiellement du corps le plus tendre, ou le moins tenace, sur le corps le plus dur.	Frottement donnant lieu à des liaisons (jusqu'à la soudure) dont la résistance mécanique est supérieure à celle de l'un au moins des matériaux
Usure par surcontraintes : -déformations plastiques -fractures, égrènements	- Modifications géométriques et dimensionnelles (en général sans perte de poids) - Fissurations, décohésion, écaillage superficiel, émission de particules.	-Pressions moyennes élevées, ou surpressions locales, entraînant dépassement de la limite d'élasticité -Contraintes anormalement élevées par rapport aux caractéristiques mécaniques des matériaux.
Usure par fatigue des surfaces	Piqûres, cavités, pouvant intéresser des profondeurs de plusieurs dixièmes de millimètres.	Contacts soumis à des chargements cycliques avec des sollicitations de roulement, de chocs, ou de glissement en régime lubrifié.
Usure par abrasion-érosion	- Pertes de poids et/ou de cote - Rayures, sillons cavités... dus à des effets de coupe ou de déformation.	- Abrasion à deux corps : les rugosités, défauts de surface, labourent ou abrasent l'antagoniste ; - Abrasion à trois corps : des particules dures et pulvérulentes sont présentes à l'interface ; ces particules sont libres de se mouvoir entre les surfaces ou sont enchâssées dans l'une d'entre elles.
Usure par fretting- corrosion	- Coloration des surfaces - Usure par abrasion avec perte de cote.	- Ensembles mécaniques soumis à vibrations ; - Pièces soumises à des mouvements relatifs alternés de faible amplitude.

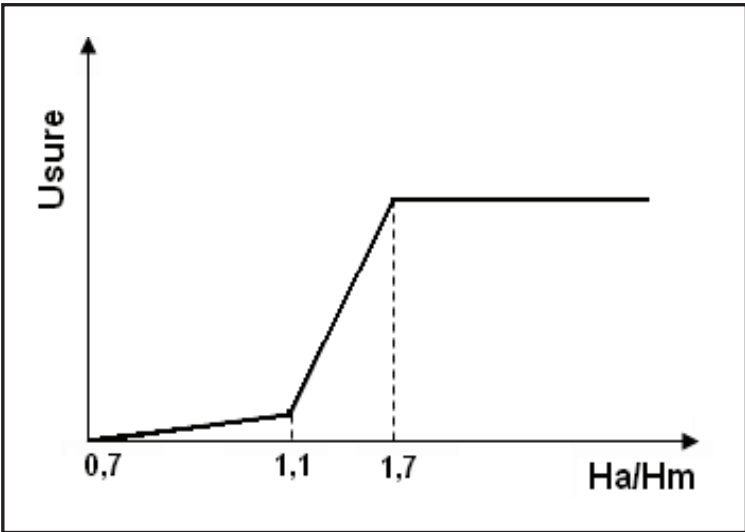


Figure 12: Influence de la dureté de l'abrasif.

### III.7.1.2 L'usure par abrasion

L'agent principal de ce phénomène est le contact entre les aspérités de deux surfaces. Cette usure correspond au déplacement ou à l'enlèvement de matière par celles-ci [44]. Cet enlèvement se produit soit lorsque l'un des matériaux est plus dur soit lorsque des particules dures et de formes angulaires introduites intentionnellement (polissage) ou formées par réaction chimique à partir des débris d'usure (tribo-chimie) se trouvent entre les surfaces de glissement. Il se produit alors un déplacement de matière dû aux parties dures et la dégradation de surface se manifeste par polissage, des sillons accompagnés ou non d'émission de fins débris, copeaux ou écailles [45]. L'abrasion est un phénomène de dégradation superficielle, la dureté et le taux de consolidation de la structure par écrouissage sont des facteurs importants qui limitent l'usure abrasive [46].

### III.7.1.3 Facteurs influant sur l'usure abrasive

#### III.7.1.3.1 Paramètres dynamiques de sollicitation de l'abrasion

La sollicitation dynamique est caractérisé par la charge, la pression ou les contraintes exercées ainsi que par la nature et la forme des particules abrasives, le volume d'usure par abrasion croit linéairement avec la charge appliquée et avec la distance parcourue, le coefficient de proportionnalité dépend de la dureté des surfaces et de la géométrie des aspérités ou des grains abrasifs.

#### III.7.1.3.2 Influence de la dureté de l'abrasif

Elle détermine l'aptitude physique des grains abrasifs à rayer un matériau plus tendre [80]. Le rapport dureté de l'abrasif ( $H_a$ ) sur la dureté du matériau ( $H_m$ ) est également un paramètre important (figure 31). L'abrasion est faible pour des rapport :  $H_a/H_m \in [0,7-1,1]$  et augment fortement dans la fourchette  $[1,1-1,7]$  pour se stabiliser pour des valeurs supérieurs à 1,7, (Fig. 12) [47].

#### III.7.1.3.3 Granulométrie et forme de l'abrasif

La granulométrie influe beaucoup sur le phénomène d'usure. On peut observer généralement une croissance rapide de l'usure avec le diamètre du grain, puis une stabilisation à partir d'une dimension critique généralement voisine de 100  $\mu\text{m}$  [47].

#### III.7.1.3.4 Nature du matériau

Les paramètres les plus importants à prendre en considération sont la dureté et la microstructure des matériaux. Pour des matériaux purs l'usure est inversement proportionnelle à la dureté. Pour les alliages, la relation entre le volume usé et la dureté est plus complexe [48]. À dureté égale, les aciers austénitiques ont une résistance supérieure à celle des aciers perlitiques, bainitiques et martensitique. Ceci peut être interprété en terme de la ductilité et de durcissement par écrouissage des différentes microstructures. La martensite à faible ductilité conduit à un enlèvement de matière par émission de débris plus important que celui des structures austénitiques ou bainitiques [47]. Lorsque la structure de la matrice est constituée de martensite et d'austénite résiduelle en quantités variables, la quantité des

carbures présents n'influe pas de manière significative sur la résistance à l'usure [49].

### III.7.1.3.5 Influence de la vitesse

La perte de masse augmente légèrement avec la vitesse d'abrasion. Cet accroissement est attribué à une baisse des caractéristiques mécaniques (de la surface) sous l'effet de l'échauffement provenant de l'accroissement de la vitesse [50].

### III.7.2 Fatigue

La microstructure optimale doit présenter :

- des teneurs en austénite résiduelle inférieures à 25-30 % ; on constate un abaissement de la limite de fatigue de 10 % par tranche de 30 % d'austénite ;
- des épaisseurs d'oxydation interne (perlite et bainite) inférieures à  $6 \div 10 \mu\text{m}$ ; ce constituant très nuisible peut, pour des épaisseurs de  $30 \mu\text{m}$ , faire chuter la limite de fatigue de 45 % ;
- une absence de carbures en réseaux alors que l'on peut tolérer ce constituant s'il est réparti dans la structure et en nodules.

Pour les paramètres de la macrostructure, on notera qu'un optimum semble se dégager pour :

- des résistances à coeur en sous-couche comprises dans le domaine  $1080 \div 1240 \text{ MPa}$
- un rapport épaisseur cémentée/épaisseur pièce de 7 % environ, valeur établie pour des pièces ou partie de pièces (dent d'engrenage par exemple) d'épaisseur inférieure à 12-15 mm.

V.F.da Silva et al [51] affirment que la présence de l'austénite résiduelle dans la couche cémentée augmente sa résistance à la fatigue.

### III.7.3 Fatigue superficielle

La microstructure superficielle influe peu sur cette caractéristique et la quantité d'austénite résiduelle peut être tolérée jusqu'à des valeurs élevées (environ 50 %), les autres constituants étant sans influence notable. On préconise généralement la réalisation d'une épaisseur de traitement double de la profondeur du cisaillement maximal dû aux contraintes de Hertz. Il semble en outre qu'une résistance à coeur comprise entre  $850$  et  $1150 \text{ N/mm}^2$  soit légèrement favorable [33]. D. Jeddi [52], affirme que La meilleure résistance à la fatigue est atteinte quand une transformation homogène de l'austénite résiduelle se produit dans la couche traitée pendant le chargement cyclique.

En générale, c'est la couche cémentée durcie qui résiste à l'usure ; de ce fait, il sera nécessaire que l'épaisseur de traitement soit supérieure à l'épaisseur d'usure que l'on tolère sur la pièce, car le coeur sera peu résistant. En ce qui concerne la constitution de la couche cémentée, on notera que la décarburation et l'oxydation interne ont une action défavorable sur la résistance à l'usure. Par contre, les carbures sont bénéfiques ; le rôle de l'austénite dépend de son instabilité, il est donc difficile à apprécier dans la pratique courante [33].

L'amélioration de la résistance à l'usure peut être due à la présence d'une grande quantité d'austénite résiduelle pour les temps de maintiens courts. En outre, cet état est renforcé par l'effet de durcissement de l'austénite résiduelle lors de l'essai d'abrasion où la contrainte induite peut transformer l'austénite résiduelle en martensite, ce qui est en plein accord avec la littérature [512].

### III.8 Carbonituration

La carbonituration est un traitement thermochimique similaire à celui de la cémentation. Le produit ferreux est porté à l'état austénitique afin de réaliser un enrichissement superficiel en carbone et en azote [53,54]. Généralement cette opération est suivie immédiatement d'un durcissement par trempe. L'opération chimique se fait en atmosphère gazeuse  $CO + H_2 + N_2$  additionnée de petites quantités d'ammoniac (5%) et de propane (2%), vers 840 °C, pendant quelques heures. On opère sur des aciers au carbone ou des aciers de cémentation [55, 56].

L'azote a deux effets :

- Il accélère l'enrichissement en carbone.
- Il modifie les propriétés de la couche enrichie. En effet, l'azote a une action fortement gamagène, il augmente la stabilité de l'austénite et abaisse donc la vitesse critique de refroidissement pour la formation de la martensite.

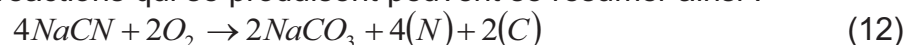
#### III.8.1 Carbonituration à basse température (600-700 °C)

Théoriquement, elle peut être réalisée entre 590 °C, température du palier de l'eutectoïde Fe-N, et la température  $Ac_1$  de l'acier, c'est-à-dire en pratique entre 600 et 710 °C. Aux températures inférieures à  $Ac_1$ , le cœur de la pièce ne subit pas la transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$ , tandis que, sous une couche de combinaison d'une dizaine de  $\eta\text{m}$ , la couche enrichie en carbone et en azote se transforme en austénite grâce à l'azote.

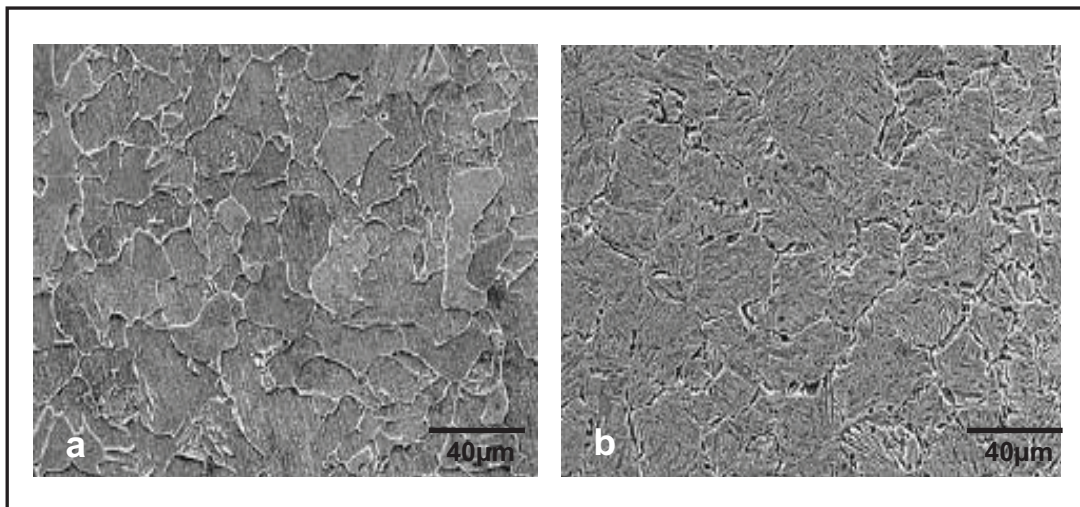
Le durcissement est obtenu par trempe à l'huile et, depuis la surface vers le cœur la structure comprend donc une couche de combinaison une couche de structure martensitique avec de l'austénite résiduelle et la structure initiale de la pièce modifiée par l'effet de revenu correspondant aux conditions ( $T^\circ$  et durée) dans lesquelles a été réalisé la carbonituration. Celle-ci peut être effectuée en bain de sel ou en phase gazeuse. En raison de la basse température du traitement, la cinétique de formation de la couche superficielle est lente et le procédé est peu employé industriellement, bien qu'il semble faire l'objet d'un certain regain d'intérêt [57].

#### III.8.2 Carbonituration (750- 880 °C)

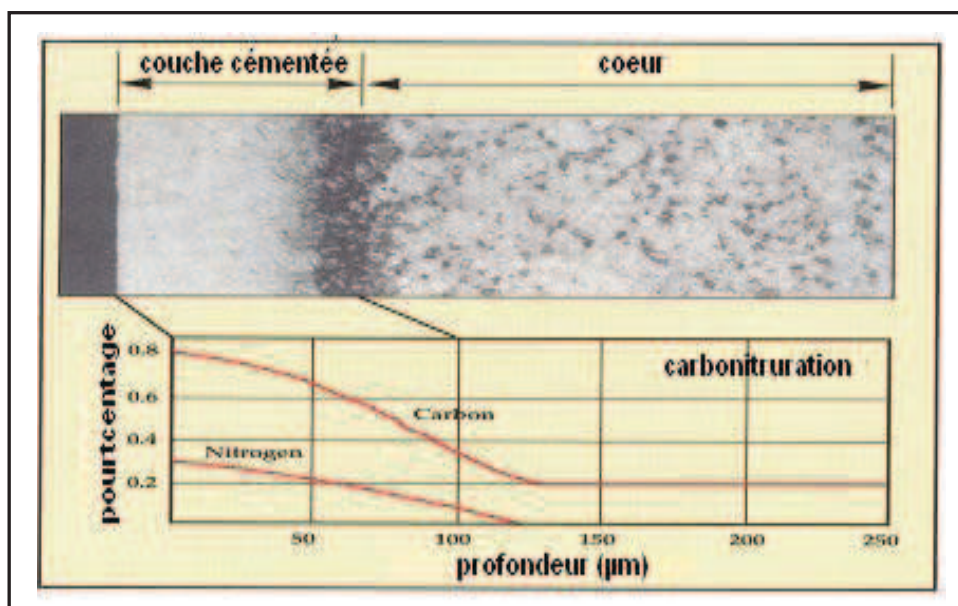
Les agents de carbonituration sont liquides ou gazeux les éléments liquides sont des sels à base de cyanure, cyanate alcalins, carbonates et chlorures alcalins ; les carbonates et les chlorures permettent d'abaisser le point de fusion et les chlorures activent le bain ; les réactions qui se produisent peuvent se résumer ainsi :



Les céments gazeux sont des mélanges de gaz contenant du carbone (hydrocarbure..) et de gaz contenant de l'azote (ammoniac), par réaction mutuelle ces gaz forment du  $CN$  et du  $CNH$  qui sont les agents à la fois carburants et



**Figure 13:** Micrographie MET d'un acier AISI 1015, nitrocarburé à 870°C.  
a) à 1000μm de la surface.  
b) à 100μm de la surface.



**Figure 14:** Profil d'un acier carbonitruré [58].

nitruant. Les atomes d'azote, comme les atomes de carbone, entrent en solution solide d'insertion dans l'austénite. L'azote accélère la diffusion du carbone, c'est ainsi que la carbonituration des aciers mi-durs à 850 °C progresse deux fois plus vite que la cémentation des mêmes aciers par le carbone seul, l'azote a donc un rôle important d'accélération du processus d'enrichissement [19]. La Figure 13 représente la structure de la surface et du cœur d'un acier carbonitruré à 870 °C.

### III.9 Opération de diffusion lors de la carbonituration

Les teneurs en azote et en carbone varient en sens inverse lorsque la température varie, il est à remarquer que la vitesse de diffusion du carbone en phase  $\gamma$  est augmentée par la présence d'azote, ce qui permet des opérations de plus courte durée que la cémentation [2].

Si l'on compare la cémentation à la carbonituration on distingue que l'introduction de  $N_2$  agit sur la teneur superficielle en C de façon notable (à même activité et température), et ceci d'autant que la teneur en azote est plus élevée. On peut expliquer cette augmentation par deux hypothèses :

- La présence de  $NH_3$  modifie la cinétique de transfert ; certains auteurs signalent le rôle de l'ion cyanures  $CN^-$  qui se forme par action de  $NH_3$  sur  $CH_4$ .

- La diffusion d'azote stimule celle de carbone. Ce dernier point, souvent signalé dans la littérature, peut se vérifier par un essai simple : si on compare les gradients de carbone obtenus après 3h de traitements, on constate que lors de la carbonituration, la masse de carbone qui a diffusé est plus importante qu'en cémentation ; la teneur superficielle est légèrement supérieure et l'équilibre en surface est pratiquement atteint alors que lors de la cémentation il en est encore éloigné [33]. La Figure 14 illustre le profil de carbonituration dans les aciers [58].

L'opération de diffusion est suivie d'une trempe comme dans le cas de la cémentation. À cet effet, comme l'azote est fortement gammagène, des températures d'austénitisation plus basse peuvent être appliquées. Cet élément améliore bien la trempabilité permettant alors le refroidissement à vitesses plus faibles (les déformations seront moins importantes). Toutefois, il abaisse  $M_s$  conduisant ainsi à des teneurs en austénite résiduelle plus élevées [2].

### III.10 Traitements thermiques des pièces carbonitrurées

Le traitement des pièces carbonitrurées peut être réalisé de différentes façons :

- Trempe directe à l'huile, éventuellement suivie d'un revenu de détente à 160÷180 °C.

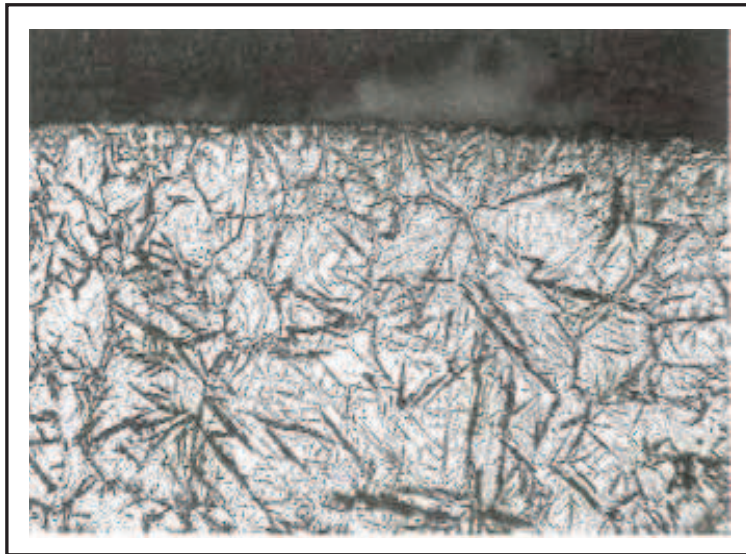
- Trempe étagée : huile chaud/air. Ce traitement réduit les déformations et augmente la ténacité des pièces.

- Trempe étagée en bain de sels, comme indiqué pour la cémentation cependant :

- N est fortement gammagène et on peut utiliser des températures d'austénitisation plus basse.

- N augmente la trempabilité ce qui permet de refroidir à des vitesses plus faibles, les déformations seront moins importantes.

- N abaisse fortement  $M_s$  conduisant ainsi à des teneurs d'austénite résiduelle plus élevées.



**Figure 15:** Couche carbonitrurée : structure martensitique et austénite résiduelle [38].

En conséquence la présence d'azote accentue la différence de comportement entre le cœur et la couche cémentée qui est équivalente à celle d'un acier plus fortement allié [2, 19].

### III.11 Structure et dureté des pièces carbonitrurées

Dans les conditions de saturation optimales, la structure d'une couche carbonitrurée doit se composer de martensite, d'une certaine quantité de carbonitrides fins uniformément répartis et de 25 à 30% d'austénite résiduelle. L'examen micrographique d'un acier carbonitruré révèle en général l'existence de trois couches de structure différentes :

- Une couche superficielle enrichie à la fois en azote et en carbone donnant après trempe une martensite de dureté élevée.
- Une couche intermédiaire principalement enrichie en carbone.
- Le reste du métal, pratiquement non modifié.

La profondeur respective des différentes couches dépend surtout de la température du traitement de carbonituration. La dureté des surfaces carbonitrurées dépassant celle des surfaces cémentées et peuvent atteindre (après trempe et revenu) des duretés de 850 à 900HV pour des épaisseurs inférieures à 0.6 mm. La pénétration du carbone est à peu près la même que celle obtenue dans la cémentation gazeuse. Lorsque les temps de maintien sont très longs, des niveaux élevés d'austénite résiduelle et des porosités peuvent se produire [59].

La teneur élevée en austénite résiduelle assure un bon rodage par exemple, dans le cas des pignons d'automobile non rectifiés ce qui définit l'absence de bruit en service. La résistance maximale s'obtient seulement dans le cas d'une teneur optimale pour l'acier donné en carbone et azote à la surface de couche carbonitrurée [56], la Figure 15 représente la structure d'une couche carbonitrurée [38].

Les teneurs suffisantes en chrome et molybdène conjuguées à celles de l'azote forment des carbonitrides susceptibles de générer un mécanisme de durcissement important induisant un niveau très élevé des contraintes résiduelles de compression en surface [60]. D'après C. Kanchanomai [61], les contraintes résiduelles améliorent la résistance à la fatigue des aciers carbonitrurés. D'après Desolas [62], une grande quantité d'austénite résiduelle formée après carbonituration peut avoir un effet favorable sur la résistance à la fatigue des composants.

### III.12 Aciers de carbonituration

La plus part des aciers de cémentation peuvent être carbonitrurés ainsi que des aciers à plus haute teneur en carbone, par exemple à titre indicatif :

- Aciers au carbone XC10 jusqu'à XC48.
- Aciers au manganèse, y compris les aciers de décolage jusqu'au 35 MF6.
- Aciers au chrome 45C2-38C4.
- Aciers au manganèse – chrome 16MC5 à 27MC5.
- Aciers au chrome – molybdène jusqu'à 35 CD4.
- Aciers au nickel – chrome jusqu'au 30NC 11.
- Aciers au nickel – chrome – molybdène 20 NCD2 au 16NCD13.
- Aciers au chrome – molybdène – vanadium Z8CDV5 [19].

De nombreux aciers alliés avec une gamme de carbone de 0,30 à 0,50% peut être carbonitrurés à des profondeurs jusqu'à 0,3 mm [63]. Si les traitements de

carbonitruration sont réalisables sur les aciers à outils contenant jusqu'à 2% de carbone [54,64] avec un certain avantage sur la résistance à l'usure, il n'est pas possible d'éviter la formation de l'austénite résiduelle sur les surfaces des pièces

### III.13 Comparaison entre cémentation et carbonitruration

Le choix entre les deux procédés est souvent dicté par des considérations d'ordre économique (par exemple nécessité de reprise en usinages liés aux risques de déformation). Bien qu'il existe peu de données sur les performances comparatives à nuances d'acier et sollicitation équivalente (cette comparaison étant par ailleurs difficile, compte tenu de l'influence de l'ensemble des paramètres structuraux) la carbonitruration tend à présenter plus d'avantage de point de vue de la résistance à la fatigue et de la résistance à l'usure adhésive (présence d'azote, dureté superficielle optimale sans réserve de contrôle des caractéristiques structurales). Cette spécificité conduira par exemple à privilégier l'emploi de carbonitruration pour les contacts peu ou moyennement chargés, soumis à fatigue superficielle avec glissement [65].

### III.14 L'austénite résiduelle

Au cours de la cémentation, quand la profondeur de la couche durcie en surface augmente, la teneur de l'austénite résiduelle augmente aussi, à cause de l'augmentation de la teneur en carbone, et pour la même raison la précipitation des carbures et l'oxydation interne peuvent se développer. Jusqu'à maintenant, l'influence de l'austénite résiduelle n'est pas mise au point complètement [66]. Il y a des opinions opposées sur l'existence et le rôle que peut jouer l'austénite résiduelle. Quelques auteurs [66,67] sont contre sa présence dans les couches cémentées. Par contre d'autres favorisent sa présence [68,69].

Sous l'application de contraintes mécaniques la zone austénitique se trouve plastifiée, par conséquent, la surface de contact augmente et la pression locale diminue. Cependant, la plastification des zones austénitiques peut avoir un effet négatif sur la relaxation des contraintes de compression qui sont favorables dans les couches durcies [70].

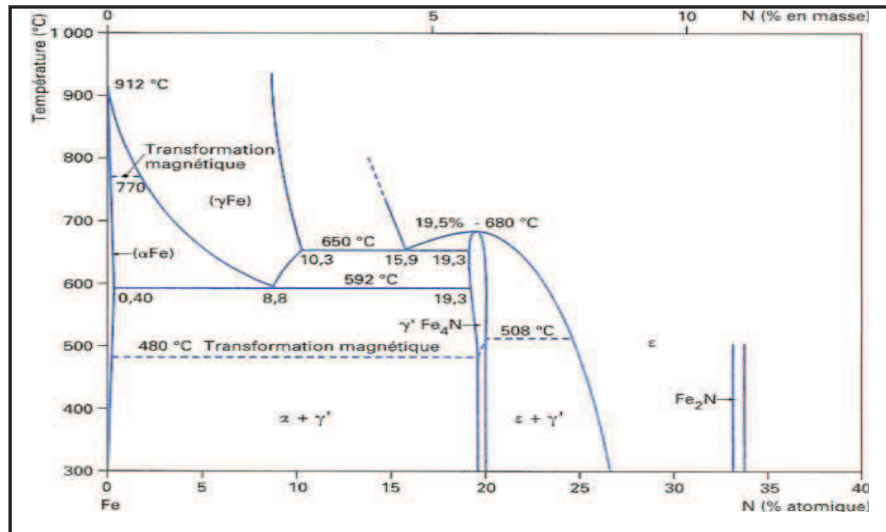


Figure 16: digramme d'équilibre Fe-N

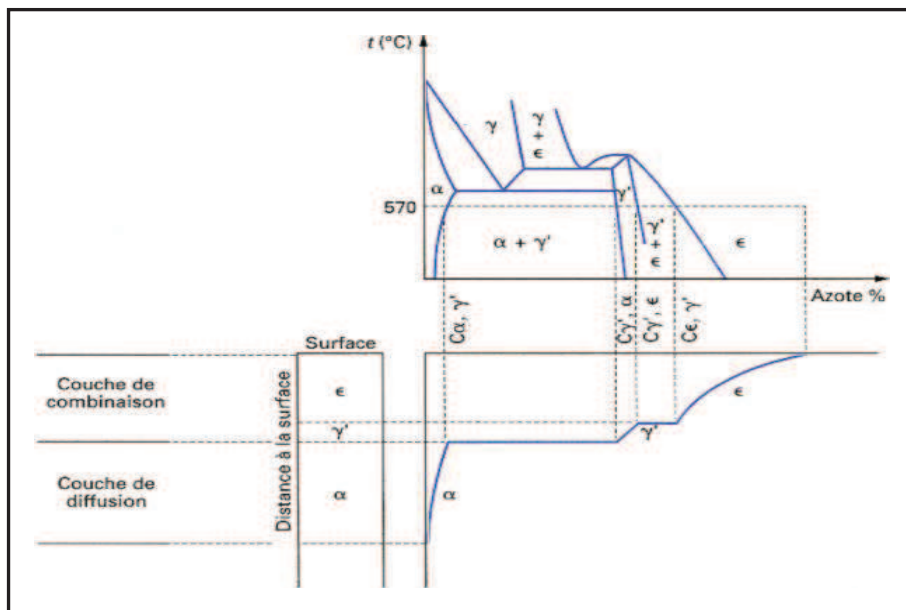


Figure 17 : Relation entre le diagramme d'équilibre Fe-N et la courbe Concentration-pénétration à 570 °C [75].

### III.15 Processus de Nitruration

Le processus de nitruration est l'un des traitements thermo-chimiques les plus utilisés pour la production de couches très dures en surfaces des aciers [29, 71, 72]. Le principal mécanisme est la diffusion de l'azote (atomique) en profondeur de la couche traitée conduisant à la création de nouvelles phases favorables au durcissement escompté. Habituellement effectué dans la gamme de températures (500–590) °C (domaine ferritique), il ne nécessite pas de traitements thermiques ultérieurs tels qu'une trempe et des revenus.

L'examen du diagramme d'équilibre Fe–N [73] présenté en (Fig. 16) montre, aux températures de traitement utilisées, l'existence :

- d'une solution solide d'azote dans le fer à très faible solubilité en azote ;
- de nitrures de structure cubique à faces centrées (CFC) dans laquelle un atome d'azote occupe le site octaédrique situé au centre de la maille. Ce nitrure, de dureté (~800 HV) est stable dans un domaine de composition qui s'étend de 5,5 à 5,75 % en masse à 590 °C.
- de nitrures de structure hexagonale compacte (HC) dont les sites octaédriques sont occupés par des quantités d'atomes d'azote variables selon la composition de ces nitrures. De formule de type  $Fe_{2-3}N$ , il est stable à partir de 7,35 % à 570 °C. La limite d'existence du nitrure  $\epsilon$  correspond à l'apparition du nitrure  $Fe_2N$  orthorhombique. Par ailleurs, il peut se révéler thermiquement instable lorsque sa teneur en azote dépasse 10 % en masse [74]. La Figure 17 illustre la relation entre la courbe concentration–pénétration de l'azote et le diagramme d'équilibre  $Fe - N$ .

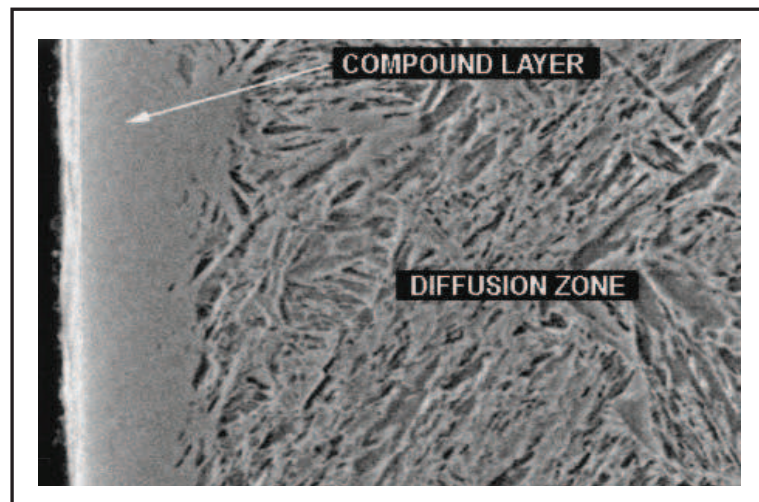
#### III.15.1 Couche de combinaison ou "couche blanche"

La couche de combinaison doit son nom au fait que l'azote est sous forme de nitrures, donc combiné. Dans sa version la plus complète, elle est constituée des nitrures  $\epsilon$ -(Fe,C) et  $\gamma'$ -(Fe,C). Elle est également appelée "couche blanche", car c'est avec cet aspect qu'elle apparaît lorsqu'on l'observe au microscope après une attaque chimique par exemple.

Selon les conditions de nitruration et le matériau de base utilisé, on pourra obtenir :

- une absence totale de couche blanche pour les faibles apports d'azote;
- une couche monophasée  $\gamma'$  (si la concentration en azote est maintenue à un niveau suffisamment faible) ou quasi monophasée  $\epsilon$  (forte concentration en azote à 570 °C) en contrôlant le potentiel d'azote.
- un mélange des phases  $\epsilon$  et  $\gamma'$  dans des proportions peuvent varier selon les conditions opératoires.

Au cours du refroidissement, ces couches pourront être le siège de transformations partielles associées à l'évolution, avec la température, des limites de solubilité de l'azote dans les phases formées [75]. On observe parfois dans les couches  $\epsilon$  des porosités dont la formation s'explique par la décomposition partielle de ces nitrures en produisant de l'azote moléculaire [76].



**Figure 18** : Micrographie d'un acier H11 nitruré.

### III.15.2 Couche de diffusion

Dans le fer pur (ou l'acier non allié), la diffusion de azote (en solution solide d'insertion) conduit à un très faible durcissement. La solution solide est conservée si le métal est refroidi rapidement à partir de la température de nitruration. Si le refroidissement est lent ou si le métal est soumis à un revenu après trempe, des nitrures peuvent précipiter, conduisant à une seconde possibilité de durcissement par précipitation. En l'absence d'éléments d'alliage, ce durcissement n'excède pas 500 HV sur une profondeur très faible. La présence d'éléments d'alliage, présentent généralement une affinité de combinaison avec l'azote, conduit à la formation de précipités de nitrures finement dispersés au niveau de la zone de diffusion. Ces précipitations conduisent à un durcissement important avec apparition de contraintes de compression élevées. Les niveaux de dureté obtenus sont généralement compris, selon les compositions chimiques et les procédés mis en oeuvre, entre 400 et 1300 HV. La loi d'obtention de la profondeur de nitruration ( $e$ ) en fonction du temps de traitement ( $t$ ) est de la forme :

$$e = \sqrt{kt} \quad (13)$$

La profondeur de diffusion est définie conventionnellement comme la distance entre la surface, et la couche ayant une dureté correspondant à celle du coeur (mesurée en HV) augmentée de 100 HV [2].

La zone de diffusion, par sa dureté, peut contribuer à l'amélioration de la résistance à l'usure comme soutien de la couche de combinaison. Par sa profondeur et ses gradients de dureté et de contraintes, elle est susceptible d'améliorer aussi la tenue à la fatigue du matériau [76]. A titre d'exemple, on présente en [Figure 18](#) une surface nitrurée à 500 °C pendant 2 h d'un acier à outils de type AISI H11 [77].

### III.16 Les procédés de nitruration

#### III.16.1 La nitruration gazeuse

Ce processus représente l'une des plus efficaces méthode d'amélioration des propriétés surfaciques des outils [78]. Du gaz ammoniac est injecté dans un four à moufle. L'atmosphère en légère surpression et le débit du gaz dans le four, à une température donnée et pour une charge de pièces déterminée, fixent le taux de dissociation de l'ammoniac selon la réaction :



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



Une partie de l'azote naissant produit diffuse à la surface de l'acier, tandis qu'une autre partie réagit pour reconduire à la formation de la molécule  $N_2$ . La diffusion d'azote dans le matériau dépend de la concentration locale en azote atomique.

- La phase  $\alpha$  étant très rapidement saturée en azote, les phases  $\gamma'$  ou  $\varepsilon$  apparaissent par germination.
- Les phases  $\gamma'$  ou  $\varepsilon$  croissent tandis que de l'azote continue à diffuser dans la structure de l'acier. La croissance de  $\gamma'$  ou  $\varepsilon$  conduit à la formation de la couche de combinaison alors que celle-ci alimente la zone de diffusion :

Couche de combinaison/zone de diffusion:  $\varepsilon, (\varepsilon + \gamma'), \gamma' \rightarrow \alpha + \lambda', \alpha$

Comme il est indiqué dans le principe général des différents procédés, les phases  $\gamma'$  et  $\varepsilon$  ayant des teneurs différentes en azote, on peut donc concevoir qu'un contrôle précis du potentiel azote (ou de l'activité de l'azote de l'atmosphère) permet de maîtriser la nature des phases formées.

Le potentiel azote est défini selon la loi d'action de masse de la réaction de dissociation de l'ammoniac :



$$N_p = \frac{K_p P_{NH_3}}{(P_{H_2})^{3/2}} \quad (19)$$

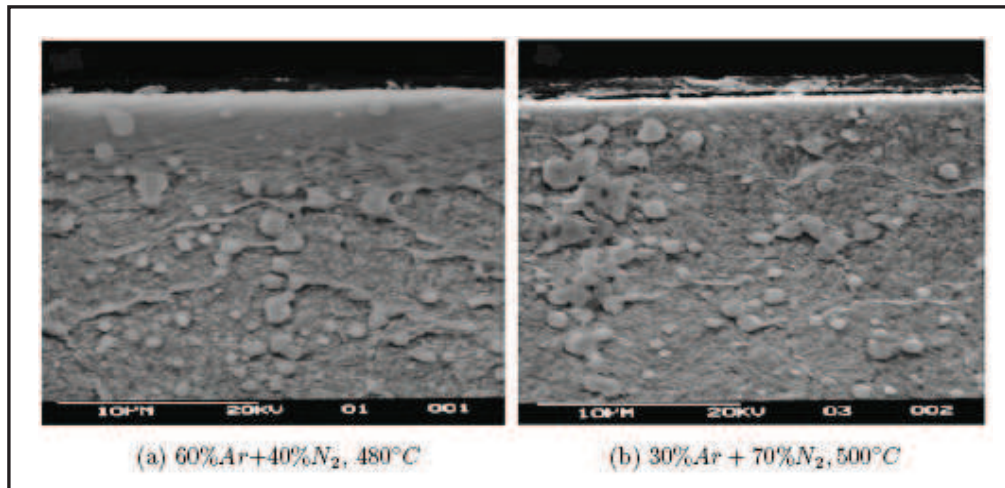
La profondeur de la couche de diffusion dépend essentiellement du temps, de la température et du potentiel azote en surface. Pour les aciers à outils de travail à chaud, la profondeur nitrurée ne doit pas dépasser 300  $\mu\text{m}$ , afin d'éviter la fissuration superficielle [79,80]. G. Castro et al. [81] ont mené une étude sur l'influence du temps de nitruration d'un acier de type AISI H13 sur la résistance à l'usure. Leurs résultats montrent que le coefficient de frottement ne change pas avec la variation du temps de traitement et le taux d'usure varie en fonction de la distance parcourue incluant divers mécanismes d'usure; pour les courtes distances le taux d'usure, dépendant de deux mécanismes qui sont la déformation plastique et l'usure abrasive, augmente avec l'accroissement du temps de nitruration. Pour les longues distances, les mécanismes relatifs aux taux d'usure sont l'usure abrasive et oxydative. Dans ce cas la vitesse d'usure diminue avec l'augmentation du temps de nitruration.

### III.16.2 Nitruration ionique (assistée par plasma)

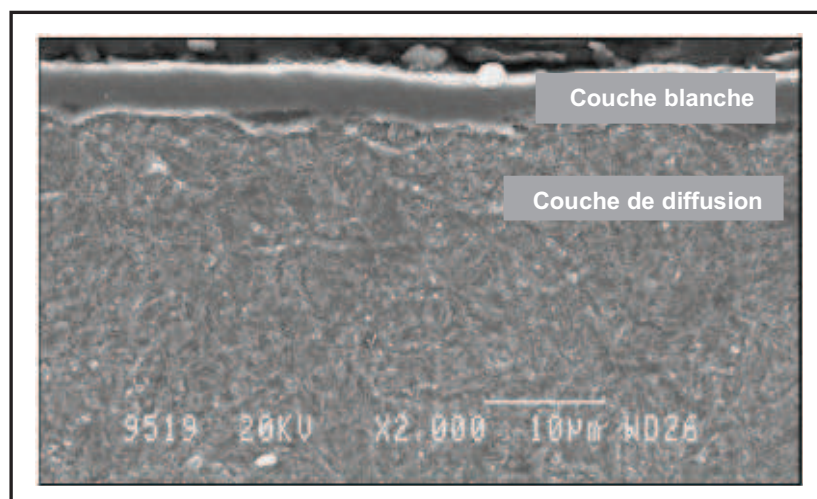
Lorsqu'une différence de potentiel est imposée entre une anode et une cathode dans une atmosphère gazeuse sous faible pression, il se produit des collisions ionisantes électrons-molécules et, au-delà d'un certain potentiel, un régime de décharge luminescente s'établit avec production d'espèces ionisées au voisinage de la cathode. Les conditions d'établissement de cette décharge dépendent de la nature des gaz et de la pression dans l'enceinte.

Le plasma est constitué d'espèces ions, électrons et neutres excités dérivés du gaz introduits; il constitue un milieu actif fortement agité et doté d'une énergie importante. Il a pour effet de:

- créer à la surface des pièces un effet thermique par dissipation de l'énergie cinétique des ions en énergie thermique lors de leurs collisions à la surface des pièces,



**Figure 19:** structure d'un acier à outils H 11 nitruré par plasma.



**Fugue 20 :** Microstructure d'un acier à outils de travail à chaud subit une nitruration liquide [87].

- décaper des atomes superficiels du métal; l'effet de ce décapage provoque un nettoyage des surfaces en les amenant à un état physiquement propre [75].

Dans la pratique, pour réaliser un plasma dans un four, on utilise l'enceinte de ce dernier comme un tube à décharge dans lequel la cathode est le support des pièces à traiter et l'anode est la paroi du four. Pour obtenir la décharge luminescente, il est nécessaire d'installer, par pompage, une pression réduite dont la valeur dépend du mélange gazeux. Après avoir réalisé un niveau de vide inférieur à celui nécessaire au fonctionnement, on introduit un gaz plasmagène pour atteindre une pression généralement comprise entre 1 et 5 hPa. Une différence de potentiel comprise entre 300 et 1000 V, produite grâce à un générateur d'énergie, est appliquée entre la cathode et l'anode. Il se développe ainsi un plasma luminescent au voisinage de la surface des pièces.

La pression du four est un paramètre sensible qui contrôle la stabilité du plasma et son activité. Elle est contrôlée, régulée et pilotée selon des données expérimentales propres à chaque morphologie des pièces et des charges [80,82].

Dans la nitruration par plasma, la formation d'une zone de diffusion et d'une zone de combinaison dépend des paramètres du processus et de la composition chimique de l'acier. Dans la zone de diffusion l'azote forme une solution solide d'insertion avec les atomes de fer, et quand la solubilité limite est atteinte, des précipités cohérents de nitrures sont formés en fonction de la teneur des éléments carburigènes [83]. Pour une concentration élevée d'azote et une tension plus basse, il se forme une couche de combinaison ayant une faible épaisseur, comme il peut être montré la Figure 19. La couche de combinaison est clairement visible en Figure 19(a) tandis qu'elle l'est moins en Figure 19(b). Ceci confirme que la formation d'une couche de combinaison est reliée à la dissociation et à l'ionisation d'azote dans le plasma. A une concentration d'azote faible, la dissociation et l'ionisation sont élevées [84].

### III.16.3 Nitruration liquide

C'est un processus de nitruration effectué dans un bain de sels fondus [85]. Le processus s'effectue à une température égale à 570 °C pendant 0,5 à 3 h dans un bain de cyanures de composition: 40% de  $KCNO$  et 60% de  $NaCN$  + 15% de  $Na_2CO_3$ . La basse température fait que l'azote fourni par la décomposition des cyanures est pratiquement le seul à diffuser dans l'acier [86]. Elle peut être appliquée à une grande variété d'aciers au carbone, aciers faiblement alliés, aciers à outils et aciers inoxydables. Dans la nitruration liquide, la stabilité dimensionnelle des pièces est préservée.

La pièce nitrurée est caractérisée par sa résistance à l'usure, à la corrosion et à la fatigue. La Figure 20 illustre la microstructure d'un acier à outils subissant une nitruration liquide [87]; elle indique la présence de la couche de combinaison et la couche de diffusion. Des contraintes résiduelles ont tendance à se former durant la nitruration liquide [88], dues à l'augmentation du volume qui se produit dans les couches de nitruration et à la différence des coefficients thermiques entre les nitrures et la matrice de fer [78]. Ce changement cause un allongement du cœur, qui conduit à la formation des efforts de tensions équilibrées par des efforts de compression et ce après refroidissement des pièces à la température ambiante [89]. Un chauffage très rapide et/ou non uniforme peut mener à la déformation des outils pendant le processus de nitruration [85].

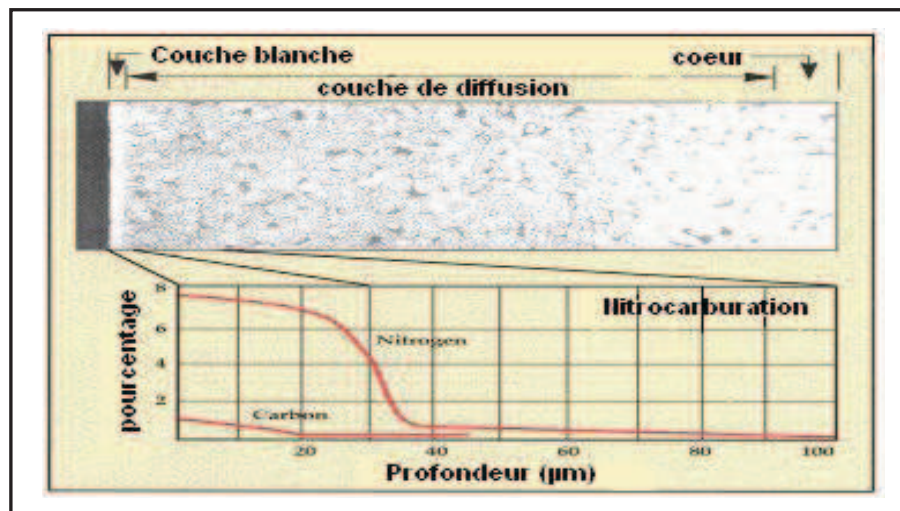


Figure 21 : profil de concentration d'un acier nitrocarburé [58].

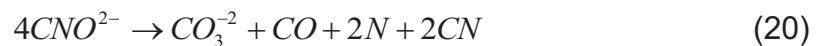
### III.17 La nitrocarburation

La nitrocarburation est la "sœur" de la nitruration qui consiste à introduire en plus du carbone dans l'atmosphère de nitruration [90,91]. Ainsi, le carbone et l'azote diffusant simultanément en surface de la pièce (Fig. 21), conduisent à la formation d'une couche de combinaison composée de carbonitrides de fer et d'une couche de diffusion renfermant de l'azote en solution solide et des précipités de nitrures d'éléments d'alliage.

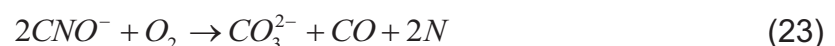
Au cours de la nitrocarburation, l'azote pénètre dans les carbures alliés provoquant leur conversion en nitrures. Cette conversion est basée sur l'affinité élevée qu'ont les éléments d'alliage (chrome, vanadium et molybdène) pour l'azote que pour le carbone [92,93]. Il est observé que l'addition du carbone dans l'atmosphère de nitruration augmente la quantité relative de la phase *epsilon* [94,95]. La zone de diffusion est principalement composée d'une solution solide  $\alpha$ -(C, N) dans laquelle les atomes N et C sont dissous dans les interstices de la matrice ferritique conduisant à l'amélioration de la résistance à la fatigue [96]. Plus la teneur en éléments d'alliage est élevée, l'épaisseur de la couche de combinaison est moindre [97].

Comme pour la nitruration, le processus peut être effectué dans atmosphère gazeuse, dans des bains de sels fondus (Tenifer) ou par plasma. Les bains de sels sont composés essentiellement de cyanates, de carbonates et de petites quantités de sulfures selon les limites suivantes : cyanate ;  $36 \pm 2\%$  ; carbonate :  $19 \pm 2\%$  ; cyanides : 0.8%.

Les réactions principales au cours de nitrocarburation sont:



L'élément nitrurant est le cyanate  $\text{CNO}^-$  qui se décompose suivant une double réaction :



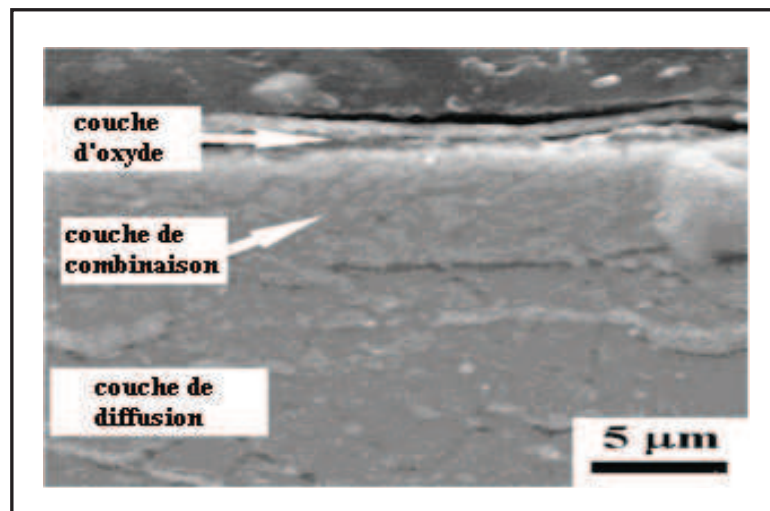
L'oxygène est apporté à la surface par l'air ambiant et par l'air comprimé introduit dans le bain auquel s'y ajoute une réaction de carburation par le monoxyde de carbone produit:



La fraction de cyanures produite au cours de la réaction (22) est reconvertie en cyanate par oxydation :



L'épuisement du cyanate aboutit à la formation de carbonate qui est reconverti en cyanate par régénération à l'aide d'un sel spécifique dont la nature exacte est brevetée selon les procédés SURSELF et TENIFER [98].



**Figure 22** : structure d'une surface d'un acier à outils H11 Nitrocarburé + post-oxydé à 773 K.

La nitrocarburation est largement utilisée afin d'améliorer les propriétés surfaciques de l'acier, tels que la résistance à l'usure, à la fatigue et à la corrosion [99-101]. La résistance à l'usure, dépendant essentiellement de la dureté de la zone de diffusion [102], est améliorée par la fine précipitation des nitrures et des carbures, dispersées de façon homogène dans la matrice ferritique [103].

Il est rapporté, qu'un processus de nitrocarburation peut être suivi d'un traitement de post-oxydation [104] ayant pour effet une significative amélioration de la résistance à la corrosion (Fig. 22). Dans ce contexte, les porosités au niveau de la couche de combinaison peuvent être favorables à l'usure et à la corrosion par le fait qu'elles sont susceptibles de d'absorber du lubrifiant ou des inhibiteurs de corrosion [49]. En revanche, Des couches de combinaison trop épaisses ne présentent pas toujours de meilleures performances à l'usure [105]. Ainsi, des couches de combinaison épaisses, incluant des porosités sont plus fragiles et de ce fait peuvent être facilement rompus [106].

Une autre propriété bénéfique est la formation d'un champ de contraintes de compression provoqué par la distorsion de la matrice ferritique sous l'effet de la formation de précipités ayant un volume spécifique plus grand [107]. Une étude menée par Devi [108], montre les mécanismes d'endommagement dans les matrices de forgeage à chaud en acier de type AISI H11, nitrocarbурées en bain de sels (à 560 °C pendant 2,5 h) et nitrurées par plasma (à 490 °C pendant 20 h). Il y est montré que les modes d'endommagement dominants sont la fissuration par fatigue (causé par les cycles thermiques et le chargement mécanique durant l'opération de forgeage). Les résultats montrent que la couche de combinaison est absente dans les échantillons nitrurés par plasma et elle est entre 12 et 16.5µm dans le cas de la nitrocarburation. En outre, DEVI montre l'existence de différents modes d'usure abrasive liés à la présence de micro copeaux dans les matrices nitrocarbурées. L'absence de ces micros copeaux dans les matrices nitrurées par plasma, est due au développement d'une surface très dure en comparaison avec le cas de la nitrocarburation.

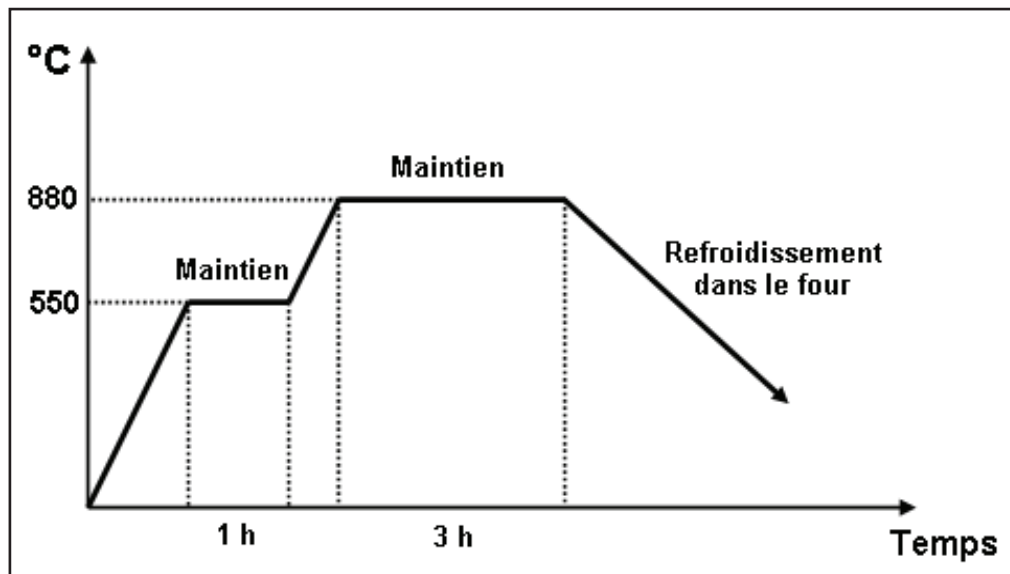


Figure 23: Cycle de traitement du recuit complet de l'acier d'étude.

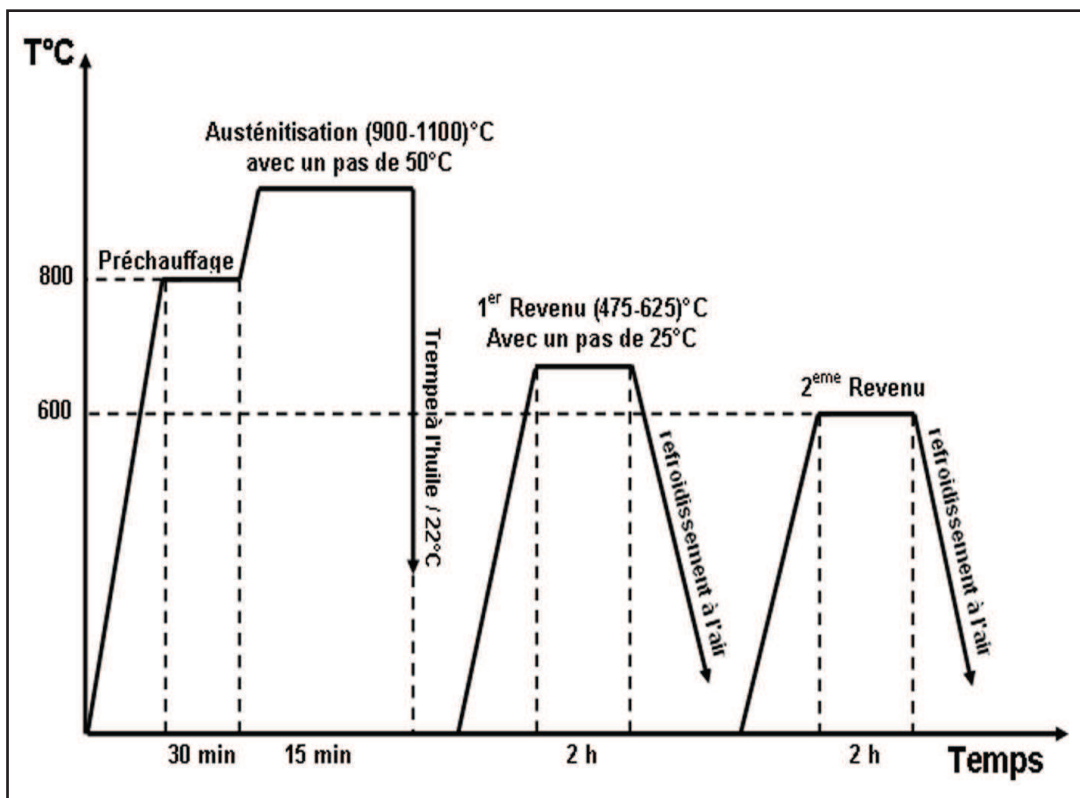


Figure 24: Cycle du traitement de durcissement par trempe et revenu.

## II. MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### II.1 Matériau

L'outil faisant l'objet de cette étude est un acier industriel dont la composition chimique est proche de celles des aciers normalisés de types AISI H13 et H11. Toutefois, il présente des différences dans les pourcentages des éléments tels que le carbone, le vanadium, et le silicium. La composition chimique, reportée dans le [Tableau 3](#), a été réalisée à l'aide d'un spectromètre à émission optique de type *THERMO SCIENTIFIC ARL 4460* (OES).

### II.2 Traitements thermiques

Les traitements thermiques de recuit complet, de trempes et de revenus ont été effectués dans un four électrique à résistance. La trempe des échantillons a été réalisée directement dans un bain d'huile à l'ambiante.

#### II.2.1 Recuit

Selon le cycle donné par la [Figure 23](#), le traitement de recuit est réalisé en trois étapes qui consistent en un préchauffage à 550 °C avec un maintien de 1 h suivi d'un chauffage à 880 °C pendant 3 heures et un refroidissement lent dans le four. Ce traitement a pour buts essentiels d'éliminer les contraintes résiduelles résultantes du découpage et d'obtenir une structure appropriée pour le durcissement escompté.

#### II.2.2 Trempe

Des échantillons cubiques de dimensions (10x10x10) mm ont été austénitisés à différentes températures: 900, 950, 1000, 1050 et 1100 °C avec un temps de maintien de 15 min pour être ensuite refroidis rapidement dans un bain d'huile à température ambiante ([Fig. 24](#)). Un tel refroidissement rapide a pour but de conférer à l'acier la plus grande dureté possible par la formation d'une structure martensitique [109]. Après chaque opération de trempe, les niveaux de dureté des échantillons ont été mesurés afin d'en choisir la plus élevée qui correspond à la température d'austénitisation égale à 1050 °C conformément aux résultats obtenus.

#### II.2.3 Revenus

Afin de d'estimer la température relative au durcissement secondaire, nous avons fait subir aux échantillons trempés à 1050 °C des revenus entre 475 et 625 °C selon un pas de 25 °C. Le temps de maintien est de deux heures suivi d'un refroidissement à l'air. L'échantillon donnant la plus grande valeur de la dureté HRC a subi un deuxième revenu à 600 °C pendant deux heures, avec un refroidissement à l'air ([Fig. 24](#)).

## II.3 Caractérisations après traitements thermiques

### II.3.1 Etude microstructurale

#### II.3.1.1 Microscopie optique

Afin de révéler les microstructures après les traitements préconisés, les échantillons ont été enrobés à chaud dans de la résine pour subir ensuite un polissage mécanique sur une série de papiers abrasifs (SiC) de granulométrie décroissante (180÷1200); la finition a été réalisée à l'aide de la patte diamantée à 3 et 1µm respectivement. Après l'opération de polissage, les échantillons ont été attaqués chimiquement à l'aide d'une solution de nital à 3% pour être observés au microscope optique de type *GX.51 OLYMPUS*.

#### II.3.1.2 Microscopie électronique à balayage

Afin d'observer les microstructures à fort grossissement et les précipitations induites on a utilisé un microscope électronique à balayage de type JEOL SJM-6500F couplé à un spectromètre à énergie dispersive (EDS).

#### II.3.1.3 Détermination des phases en présence par diffraction des Rayons-X

Les phases en présence ont été déterminées par diffraction des Rayons-X utilisant un diffractomètre de type Philips PW1730/10 opérant à 40KV et 200 mA. Un détecteur Elphyse à localisation linéaire a été également utilisé. Le rayonnement X est produit par une anticathode avec une longueur d'onde des raies  $\lambda K\alpha = 0.179026\text{nm}$ . Le balayage de  $2\theta$  est effectué dans l'intervalle de  $35^\circ$  à  $135^\circ$  avec un pas de mesure  $\Delta 2\theta = 0.036^\circ$  et un temps de comptage de 35 s.

Afin de réduire l'effet de l'écroûissage induit préalablement par le polissage mécanique et les couches d'oxydes formées lors du chauffage, les échantillons traités ont subi un polissage électrolytique, suivi d'une attaque spécifique. Les fractions volumiques de la ferrite (martensite), de l'austénite résiduelle et des carbures ont été déterminées par la méthode de Guinier [110] qui est présentée ci-dessous:

$$I = I_0 * \frac{e^4}{m^2 c^4} * \frac{(1 + \cos^2 2\theta)}{2} * \frac{1}{16\pi r \sin^2 \theta \cos \theta} * \lambda^3 * F_{hkl}^2 * n * \frac{1}{V_c^2} * D * dV \quad (1)$$

D'où:

- I : puissance diffractée sur l'unité de longueur d'une raie Debye-Sherrer, enregistrée à une distance r de l'échantillon,
- $I_0$  : intensité par unité de surface de l'intensité incidente,
- $e^4 / m^2 c^4$  : constante  $7.9 \cdot 10^{-26}$ ,
- $(1 + \cos^2 2\theta)/2$  : facteur de polarisation,
- $1/16 \pi r \sin^2 \theta \cos$  : facteur de Lorentz,
- $\lambda$ : longueur d'onde du rayonnement utilisé,

- $F_{hkl}^2$  : facteur de structure (fonction des facteurs de diffusion atomique des atomes de la maille, des indices h k l du pic, et des positions de chacun des atomes de la maille x y z),
- $V_c$  : volume de la maille,
- n : multiplicité des plans (hkl),
- D : facteur de température,
- dV : élément de volume de la poudre.

Les constantes pour tout le spectre mesuré sont notées K, donc l'équation (1) devient:

$$I = K * i * dV \quad (2)$$

Pour intensité des raies dans les montages en réflexion, l'échantillon d'épaisseur infinie par rapport à la profondeur de pénétration des rayons X utilisés et à surface plane, La couche d'épaisseur dx à la profondeur x émet l'intensité :

$$dI = K * i * S * \frac{dx}{\sin \theta} * \exp\left(\frac{-2\mu\rho x}{\sin \theta}\right) \quad (3)$$

D'où:

- S : section du faisceau X
- $\mu$  : coefficient massique d'absorption de l'échantillon
- $\rho$  : densité de l'échantillon

Donc:

L'intensité totale sera:  $I = \int_{x=0}^{x=\infty} dI = K * i * S / 2\mu\rho \quad (4)$

Pour un mélange de phases, la phase  $\alpha$  donnera les pics :

$$I_{\alpha hkl} = K * i_{\alpha hkl} * S * V_{\alpha} / 2\mu\rho \quad (5)$$

D'où:

- $\mu\rho$  : coefficient linéaire d'absorption du mélange
- $V_{\alpha}$  : fraction volumique de la phase  $\alpha$

Pour chacune des phases il est possible de calculer les valeurs de  $i_{\alpha hkl}$ . La fraction volumique de la phase  $\alpha$  dans le mélange sera :

$$V_{\alpha} \% = \frac{(I_{\alpha hkl \text{ mesurée}} / i_{\alpha hkl})}{(\sum (I_{i \text{ mesurée}} / i_i)) * 100} \quad (6)$$

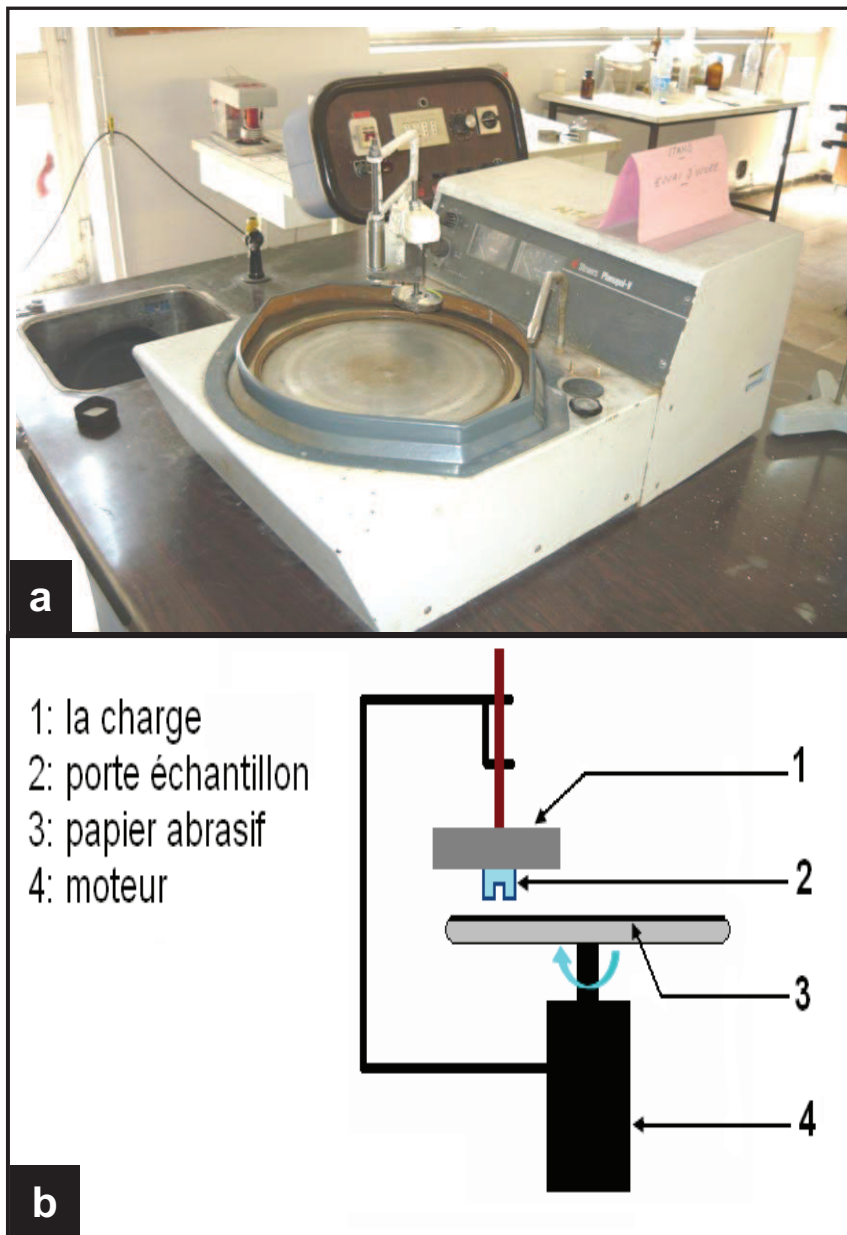


Figure 25: dispositif expérimental de l'usure.

## II.3.2 Propriétés mécaniques

### II.3.2.1 Dureté

Les mesures des duretés des échantillons traités ont été réalisées à l'aide de la méthode Rockwell (HRC) utilisant un duromètre universel de type *WOLPER*. L'essai consiste à imprimer, dans la couche superficielle des échantillons, un pénétrateur de type normalisé.

### II.3.2.2 Résistance à l'usure

Le critère de l'usure abrasive retenu dans cette étude est la perte en masse en fonction de la distance parcourue (distance de glissement) [111]. L'essai d'usure s'est déroulé dans les conditions ordinaires, à l'air et à la température ambiante.

Le test d'usure était effectuée au moyen d'un disque-pion [65] sur des échantillons cubiques (10x10x10) mm. Le dispositif utilisé est présenté en [Figure 25a](#) et schématisé par la [Figure 25b](#). Il se compose d'un principalement d'un système porte échantillon fixé sur une polisseuse dont la vitesse de rotation a été réglée à 50 tours/min. L'échantillon est usé à l'aide d'un abrasif en carbure de silicium (SiC) de granulométrie 240 sous une charge de 354 g  $\approx$  3.5 N.

Après chaque 180 secondes d'usure et durant 45 min, la perte en masse des échantillons ainsi testés est mesurée à l'aide d'une microbalance de  $10^{-3}$  de précision. Les échantillons sont nettoyés avec l'acétone avant chaque prise de poids.

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

$$\Delta P = P_0 - P_i \quad (7)$$

Où  $P_i$  le poids mesuré après chaque temps d'usure et  $P_0$  la teneur initiale.

Le parcours  $X$  est déterminé comme suit :

$$X = \frac{V}{\tau} (m) \quad (8)$$

et comme la vitesse linéaire ( $V$ ) est égale au produit de la vitesse angulaire ( $\omega$ ) par le rayon du papier abrasif ( $r$ ),

$$V = \omega.r = \frac{2\pi n}{60} r \quad (9)$$

$$X = \frac{\omega.r}{t} = \frac{2.\pi.n}{60.t} .r \quad (10)$$

Le calcul des taux d'usure globaux et partiels des échantillons est effectué à l'aide de la relation suivante:

$$\text{Taux d'usure} = \frac{\Delta P_{zone}}{\Delta X_{zone}} \quad (11)$$

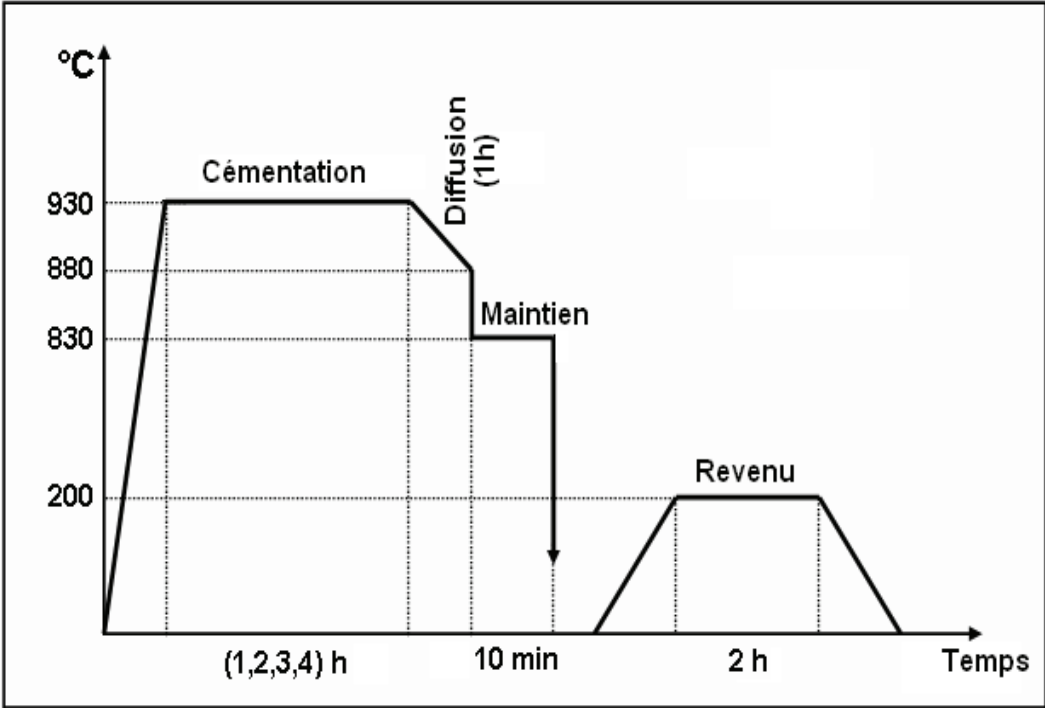


Figure 26: Cycle de la cémentation gazeuse.

## II.4 Cémentation

La cémentation gazeuse a été effectuée à l'échelle industrielle sur des échantillons dont la composition chimique est semblable à celle des échantillons utilisés dans les traitements thermiques (Cf. Par. III.2).

L'atmosphère de four est constituée par un gaz porteur de composition: 39.36%  $H_2$ , 0.23%  $CO_2$ , 19.83%  $CO$ , 0.76 %  $H_2O$ , enrichi par du méthane ( $CH_4$ ). Préalablement, les échantillons ont subi un traitement de recuit d'adoucissement (Fig. 23) pour être cimentés à la température de 930 °C selon 4 temps de maintien: 1, 2, 3 et 4 h. Le durcissement des couches cimentées s'obtient par trempe. Ainsi, les échantillons sont trempés dans l'huile chaude à 180 °C à partir de la température de 830 °C. Finalement, après trempe, les échantillons ont subi un revenu de détente à une température de l'ordre de 200 °C pendant 2 heures. Les cycles correspondants sont présentés en Figure 26.

## II.5 Caractérisations après cémentation

### II.5.1 Etudes microstructurales

Pour les observations aux microscopes optique et électronique à balayage (MEB), les échantillons sont polis sur une polisseuse mécanique avec papiers abrasifs de différentes granulométries du 180 au 1200, ensuite une finition avec la patte diamantée à 3  $\mu m$  et 1  $\mu m$ . Après nettoyage dans l'éthanol, les échantillons sont attaqués chimiquement par le NITAL 3% à la température ambiante.

Les types et caractéristiques des microscopes optiques et électronique à balayage utilisés pour les observations microstructurales sont les mêmes que pour ceux utilisés lors des traitements thermiques. Il en est de même pour la diffraction des Rayons-X pour la détermination des phases en présence et de leurs fractions volumiques.

### II.5.2 Propriétés mécaniques

#### III.5.2.1 Microdureté

L'essai de la microdureté a été réalisé dont le but de déterminer la filiation des valeurs de la microdureté des couches cimentées pour chaque temps, à l'aide d'un microduremètre assisté par ordinateur de type ZWICK/ROELL ZHV100 utilisant un pénétrateur en diamant. La charge appliquée est de 100 g pendant 15 s. les échantillons destinés pour les mesures de la microdureté ont été préalablement polis.

#### II.5.2.2 Résistance à l'usure

Le même critère [111] et conditions d'usure pour les traitements thermiques sont retenus.

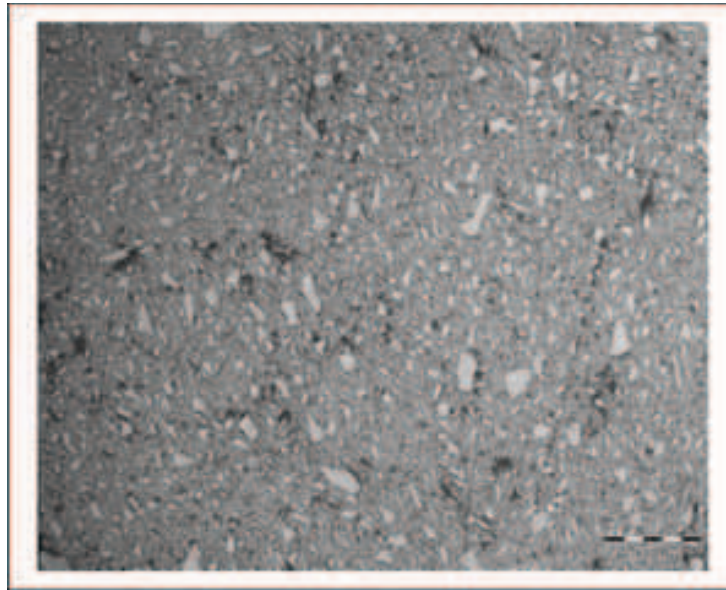


Figure 27: structure de l'acier d'étude à l'état recuit.

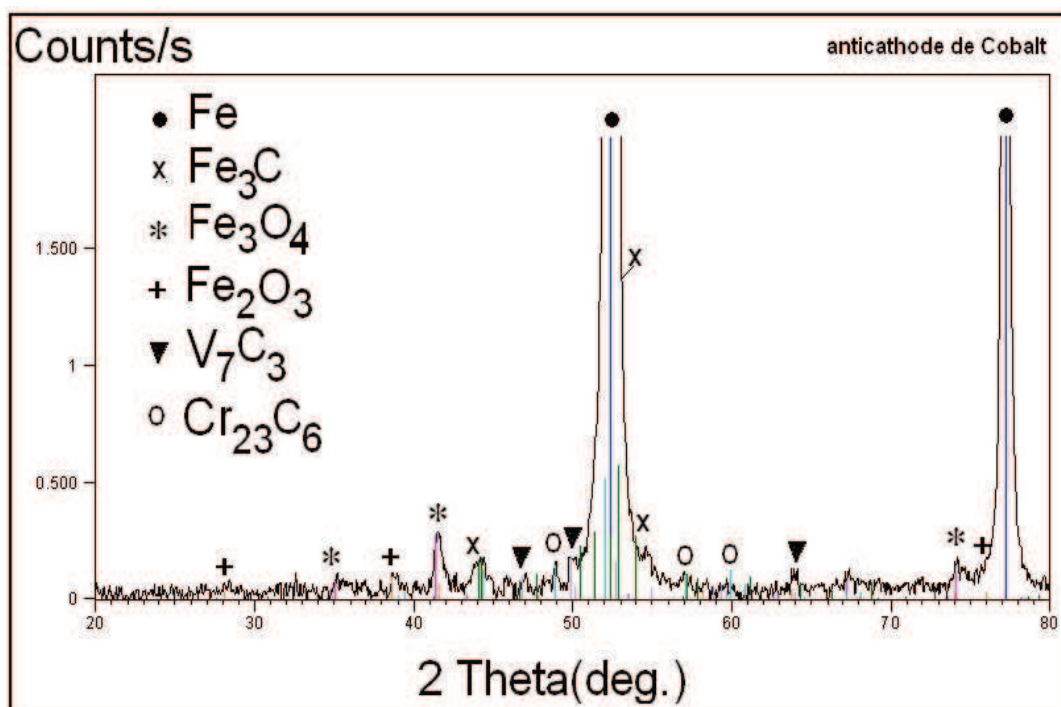


Figure 28: spectre des rayons X zoomé (a et b) de l'acier d'étude à l'état recuit.

### III.1 Matériau

Selon les résultats obtenus à partir de l'analyse chimique (Tableau 3), l'acier d'étude peut être classé dans le groupe des aciers à outils de travail à chaud proche de ceux normalisés tels que l'**AISI H11 et H13**. Sa comparaison avec ces derniers laisse entrevoir différence dans les éléments carbone, vanadium et silicium.

Elément	C	Mn	Si	Al	Ni	Cr	V	Ti	Mo
Acier d'étude	0.52	0.42	0.55	0.03	0.22	5.20	0.34	0.004	1.10
AISI H11	0.38	0.40	1.00	-	-	5.10	0.40	-	1.25
AISI H13	0.40	0.40	1.05	-	-	5.15	1.00	-	1.35

### III.2 Traitements thermiques

#### III.2.1 Recuit

Une composition chimique équilibrée en éléments carburigènes tels que le chrome, le molybdène et le vanadium, est susceptible de donner une structure initiale de recuit adéquate afin d'assurer un durcissement ultérieur des outils, en l'occurrence obtenir de bonnes propriétés mécaniques à hautes températures.

La Figure 27 illustre une structure de l'acier d'étude à l'état recuit, composée principalement de ferrite dans laquelle des carbures sont distribués de façon homogène. Une telle configuration correspond à une structure optimale appropriée aux traitements thermiques ultérieurs. Le niveau de dureté mesuré, variant entre (180 ÷ 210) HB, présente bien un niveau d'adoucissement convenable permettant un usinage ou une mise en forme plus facile.

La diffraction des rayons X a permis d'identifier la nature des phases en présence. la Figure 28 montre l'existence des carbures de types  $Fe_3C$ ,  $Cr_{23}C_6$  et  $V_7C_3$  ainsi que des oxydes de fer de type  $Fe_2O_3$  et  $Fe_3O_4$ .

#### III.2.2 Trempe

Selon les cycles de traitements thermiques présentés en Figure 24, il est à rechercher une microstructure martensitique présentant une dureté maximale favorable à la résistance à l'usure des aciers [11]. Il est bien connu que les propriétés optimales de mise en service des outils, telles que la dureté et la ténacité dépendent de la température d'austénitisation. En Figure 29(a) sont reportés les résultats de mesure des duretés obtenus en fonction des températures d'austénitisation réalisées dans une gamme variant de 900 à 1100 °C, avec un pas de 50 °C pendant un temps de maintien de 15 min.

Il est bien observable, qu'aux températures inférieures à 1050 °C, le niveau de dureté est faible en raison de la mise en solution incomplète des carbures dans la phase austénitique.

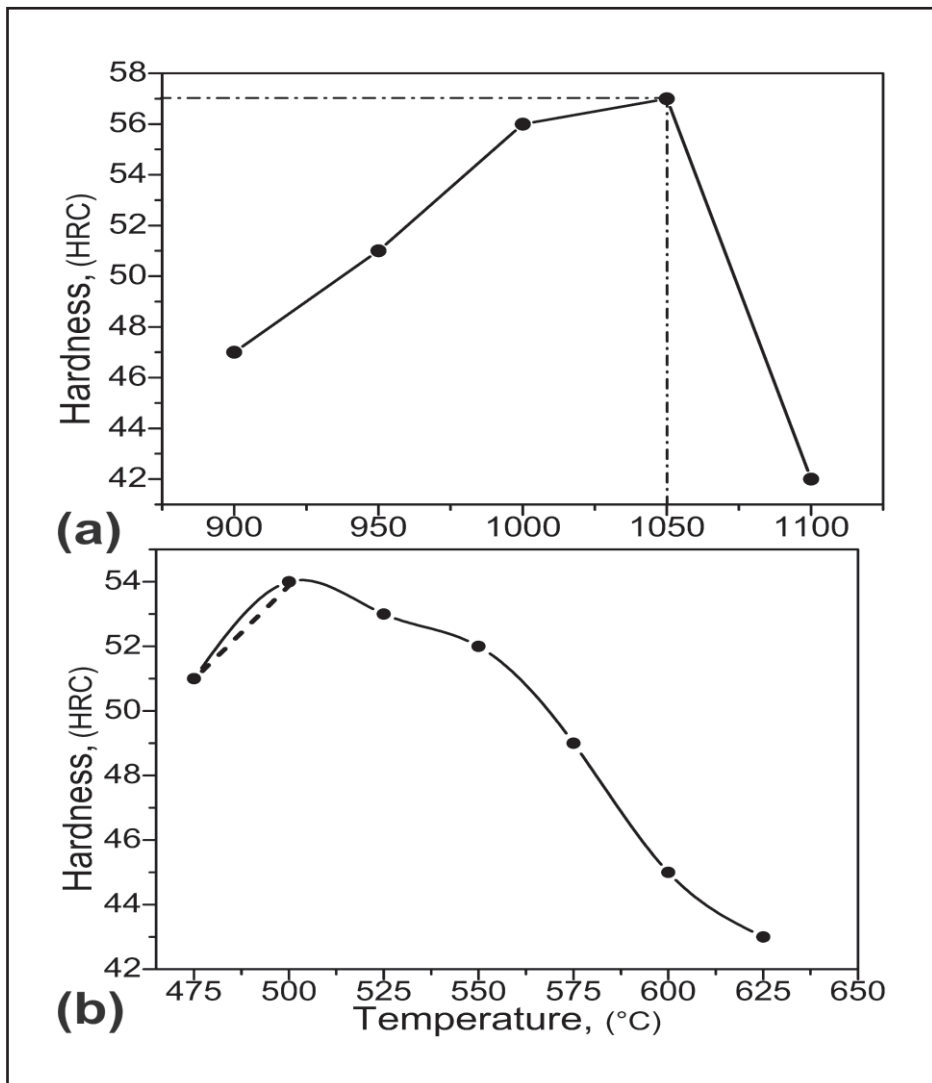


Figure 29: Méthode de trempe (a) austénitisation (b) 1<sup>er</sup> revenu.

Le niveau de dureté maximal 57 HRC (633HV) correspond à la température d'austénitisation 1050 °C (échantillon T1). Cependant sa valeur peut être modifiée par les traitements ultérieurs de revenus. Ce résultat concorde bien avec ceux issus de la littérature [5, 11] pour les aciers H13 et H11, respectivement. D'autre part, selon Yikuan [112], l'acier H13 austénitisé à 1050 °C conduit à une ténacité optimale et à une grande résistance à la fatigue thermique. Dans tous les cas, la valeur de la dureté dépend des fractions volumiques de l'austénite transformée d'une part en martensite et d'autre part en austénite résiduelle.

Au-delà de 1050 °C, l'augmentation de la température d'austénitisation provoque une diminution importante de la dureté atteignant la valeur de 42 HRC. Cette baisse de dureté peut être expliquée par le degré relatif de grossissement des grains austénitiques.

### III.2.3 Revenu

L'échantillon T1 a été soumis à un premier revenu suivant la gamme de température (450-625) °C, avec un pas de 25 °C pendant un temps de maintien de 2 h.

La Figure 29(b) montre la résistance au revenu évaluée à partir de la courbe de dureté de revenu à température ambiante en fonction des températures de revenu considérées. On peut constater dans la fourchette de 475 à 500 °C (ligne pointillée), une augmentation de la dureté de 51 HRC (528HV) à 54 HRC (577HV). Cette augmentation est associée à trois différentes transformations se déroulant lors du revenu:

- une déstabilisation de l'austénite qui est sensibilisée par le revenu et qui se transforme au moment du refroidissement,
- une transformation en martensite revenue,
- une précipitation de carbures associée au phénomène de durcissement secondaire.

Il est intéressant de remarquer qu'à la température 500 °C, l'échantillon (TR1) affiche un durcissement significatif de ~54 HRC (577HV) (valeur maximale) correspondant au mécanisme de durcissement secondaire qui devrait normalement conduire à une précipitation fine et homogène de carbures. Cette étape correspond à l'échange de carbone entre la cémentite et les carbures, comme énoncé par M. Bonek et al. [113]. Ce résultat est en plein accord avec l'étude menée par Dobrzanski et al [114] sur un acier H13 conduisant à une dureté optimale de 53.5 HRC après trempe et revenu à 1060 et 510 °C respectivement.

Au-delà de la température de 525 °C, la valeur de la dureté affiche une chute atteignant 43 HRC pour une température de revenu de 625 °C. Il en ressort que l'augmentation de la température de revenu au-delà de 500 °C contribue à la coalescence des carbures ainsi formés, ce qui influe négativement sur la dureté.

A ce stade, la basse teneur du silicium (0,55%) peut avoir un effet favorable sur les propriétés de l'acier à outil ainsi trempé et revenu. En contre partie, Delagnes et al. [115] suggèrent qu'une grande teneur de silicium peut affecter négativement l'acier AISI H11, en déplaçant le point de durcissement secondaire vers des températures plus basses. Comme conséquence, la réduction de la teneur du silicium dans les aciers revenus favorise une utilisation possible des outils aux températures plus élevées. Cobalt

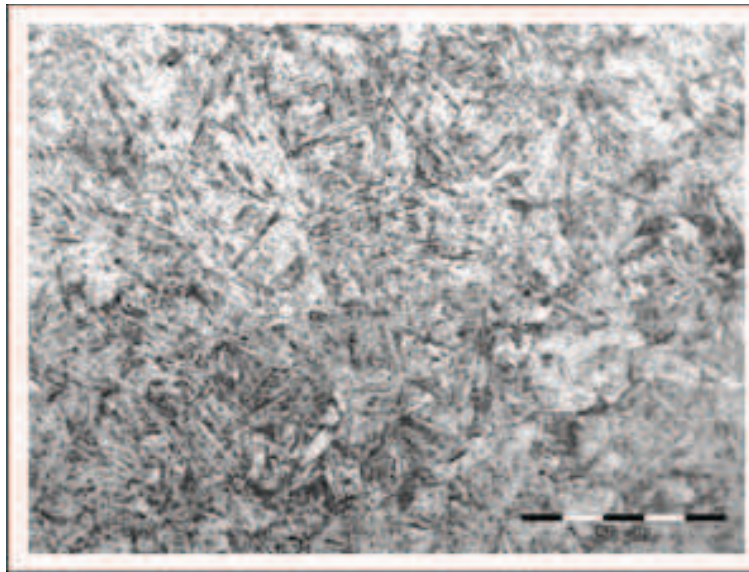


Figure 30: Micrographie de l'acier d'étude trempé à la température 1050°C.

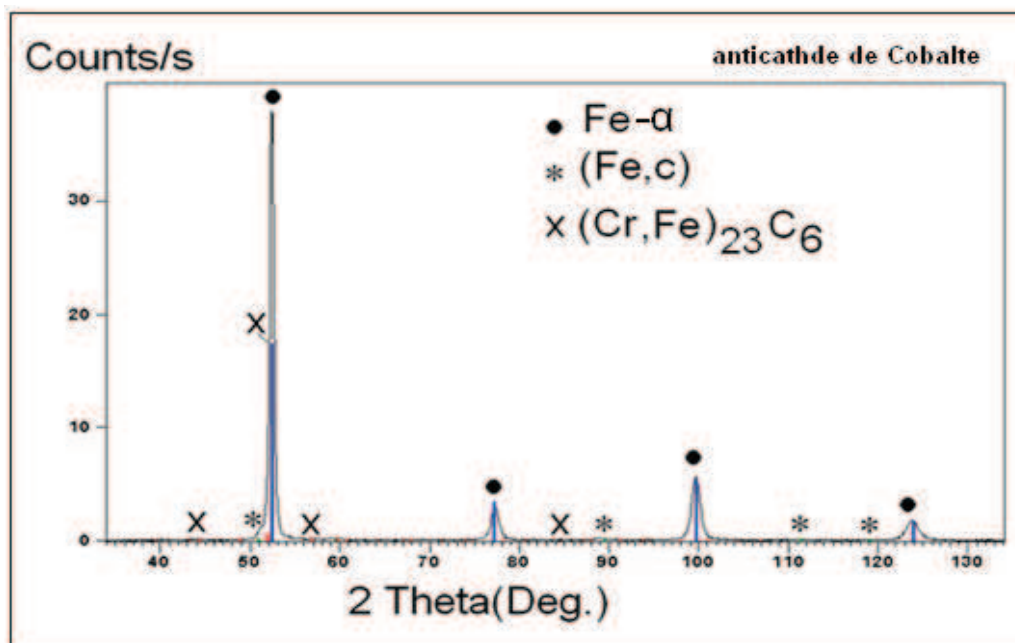


Figure 31: spectre des rayons X de l'acier d'étude après trempé.

### III.2.4 Caractérisation de l'état structural

#### III.2.4.1 La trempe

La température d'austénitisation 1050 °C permet d'assurer la transformation de la ferrite (cubique centré) en austénite (cubique à face centrée) et la mise en solution presque totale de la cémentite et les carbures dans l'austénite. Après refroidissement rapide dans l'huile à la température ambiante, une structure martensitique en lattes, associée à une fraction volumique d'austénite résiduelle, est obtenue comme il est montré en [Figure 30](#). Cette martensite est produite par cisaillement complexe du réseau de l'austénite. A cause de la vitesse élevée de refroidissement (huile à 180 °C), le phénomène de diffusion n'intervient pas dans cette transformation [\[2\]](#).

Le diamètre moyen de la taille de grains primaires d'austénite, étant d'environ de 15 µm, permet de conférer au matériau des propriétés mécaniques avantageuses [\[114\]](#). Par conséquent, il peut être retenu que la température d'austénitisation optimale de 1050 °C et le temps de maintien de 15 min ont un effet positif sur la taille de grains primaires d'austénite, malgré la faible teneur en vanadium qui reste quand même assez suffisante pour empêcher le grossissement des grains.

La [Figure 31](#) montre les spectres de diffraction des rayons-X des échantillons considérés. On rappelle que l'austénite résiduelle, en raison de sa différence structurale avec les autres phases, produit un pic de diffraction à des endroits différents que ceux de la ferrite. La quantité d'une phase dans l'acier est proportionnelle à l'intensité intégrée de son pic de diffraction [\[116\]](#). Aucune distinction n'a été faite entre les phases de ferrite et de martensite en raison que les intensités théoriques de diffraction des rayons-X sont presque les mêmes. Ainsi, le terme ferrite peut aussi s'appliquer à la martensite [\[117\]](#).

Généralement, une température d'austénitisation élevée voisine de 1050 °C est amenée à provoquer une meilleure mise en solution des carbures primaires présentés dans l'état de recuit, spécialement les carbures riches en vanadium [\[118,119\]](#). En outre, en raison de la composition chimique de l'acier d'étude, contenant plus de carbone en solution et des éléments carburigènes préexistants comme le vanadium et le molybdène, il est concevable d'aboutir à l'obtention d'une quantité des carbures de types  $MC$  et/ou  $M_7C_3$  dominante par rapport aux carbures de type  $M_{23}C_6$  préexistants. Il est clair que la nucléation des germes de carbures précipitant lors de la trempe jouent un rôle très important dans l'amélioration de la résistance à l'usure en augmentant la dureté de surface tandis que les carbures de type  $Cr_{23}C_6$  sont moins résistants à cause de leur coalescence et auront tendance à diminuer la résistance au fluage des aciers à outils [\[16\]](#).

De la [Figure 31](#), il est observable que seuls les carbures de type  $Cr_{23}C_6$  ont précipités alors que les carbures de vanadium et de molybdène n'ont pas été révélés par les rayons X. La précipitation produite qui correspond au phénomène de durcissement secondaire s'est faite probablement par la formation d'une multitude de germes de carbures (nucléation) et à ce stade, une faible teneur en vanadium de l'acier d'étude (0.34%) n'est pas un grand problème, puisqu'elle reste quand même assez suffisante pour éviter la formation des carbures non dissous indésirables qui sont susceptibles de ségréger le long des joints de grains austénitiques (primaires) lors du traitement thermique du matériau.

Dans le [Tableau 4](#) sont enregistrés les résultats de diffraction des rayons X relatifs à l'identification des fractions volumiques de ferrite (martensite), de carbures et d'austénite résiduelle, formés après trempe et double revenu à 500 et 600 °C respectivement.

Les résultats de calculs obtenus par le biais de la méthode de Guinier [110] montrent que pour l'échantillon trempé, les fractions volumiques des carbures  $Cr_{23}C_6$  et de l'austénite résiduelle sont respectivement 2 et 4% alors que celle de la martensite est de 96%. Le niveau élevé de ces valeurs explique le degré de durcissement structural causé par la transformation martensitique et la dissolution plus ou moins complète des carbures. Les points de transformation  $M_s$  et  $M_f$  se trouveront ainsi diminués. En effet, il est bien connu que la température à laquelle l'austénite commence à se transformer en martensite ( $M_s$ ) est en fonction de la composition chimique de l'acier. A défaut du diagramme TTT de l'acier d'étude, plusieurs sources sont disponibles et permettent l'évaluation de la température  $M_s$ . Parmi ces sources, la relation de Steven et Haynes est la plus indiquée dans notre cas car elle peut s'appliquer aux aciers contenant jusqu'à 0,6% de carbone:

$$M_s(^{\circ}C) = 561 - 474C\% - 33Mn\% - 17Ni\% - 7Cr\% - 21Mo\% \quad (1)$$

D'autre part, la relation définie par Koistinen et Marburger [120] permet d'évaluer la fraction volumique d'austénite non transformée liée aux points  $M_s$  et  $T_q$  (température de trempe) :

$$V_{\gamma}(\%) = \exp\left(-1.10 \times 10^{-2} (M_s - T_q)\right) \quad (2)$$

Ainsi, la quantité de martensite est:

$$V_m(\%) = 1 - V_{\gamma} \quad (3)$$

La validité de l'expression (1) est confirmée par la valeur calculée de la fraction volumique de l'austénite résiduelle ~4.669% qui concorde avec la valeur mesurée de 4%. Selon l'expression (3), la fraction volumique de la martensite est donc de l'ordre de ~95,33%. Ce résultat peut être associé à la vitesse élevée de trempe qui a un effet considérable sur la microstructure obtenue et les propriétés correspondantes de l'acier à outil de travail chaud lui conférant ainsi toute sa performance. En outre, un refroidissement rapide permet d'éviter la formation de la bainite qui peut affecter négativement le niveau de dureté requis [16].

Néanmoins, il est capital de souligner l'inconvénient majeur qui est l'apparition de fissures et de distorsions dans les échantillons trempés en raison du choix de la trempe rapide utilisée. Afin de palier à ces problèmes, un processus de trempe étagé, connu sous le nom de "martempering", peut être alors envisagé afin de réduire ces risques. Ce processus consiste à tremper le matériau en deux étapes. D'une part, le matériau est refroidi dans un bain de sel dont la température dépasse légèrement la température  $M_s$ , suivi d'un maintien jusqu'à ce que la température s'équilibre pour éviter (ou diminuer) les gradients thermiques entre la surface et le cœur. Ainsi, les contraintes et des risques de déformation et de tapures se trouvent diminués. Finalement, le matériau est refroidi librement à l'air.

Tableau 4 dosages des phases après traitements thermiques									
dosage de phases							échantillons		
ant Cobalt	M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>		ferrite		austénite		trempe	2H11	3H11
h k l	i*carb	2q	i*a	2q	i*γ	2θ			
(420)	7,95	22,05					2,0	4,5	4,8
2 0 0					22,49	59,52	9,0	8,9	0,0
2 0 0			8,88	77,37			101,4	167,5	173,8
2 2 0					11,49	89,23	7,0	4,8	0,0
2 1 1			17,78	99,90			218,3	365,4	368,2
3 1 1					15,95	110,85	7,5	6,6	0,0
2 2 2					5,19	118,47	4,3	3,1	0,0
2 2 0			7,72	124,10			100,7	164,9	167,2
somme I α			34,38				420,4	697,8	709,3
somme I γ					55,12		27,8	23,3	0,0
Icarb/i*carb							0,2	0,6	0,6
Iα /i*α							12,2	20,3	20,6
Iγ/i*γ							0,5	0,4	0,0
Σ i/i*							13,0	21,3	21,2
							<b>v%carb</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
							<b>v%γ</b>	<b>4</b>	<b>2</b>
							<b>v%α</b>	<b>94</b>	<b>95</b>
								<b>97</b>	<b>97</b>

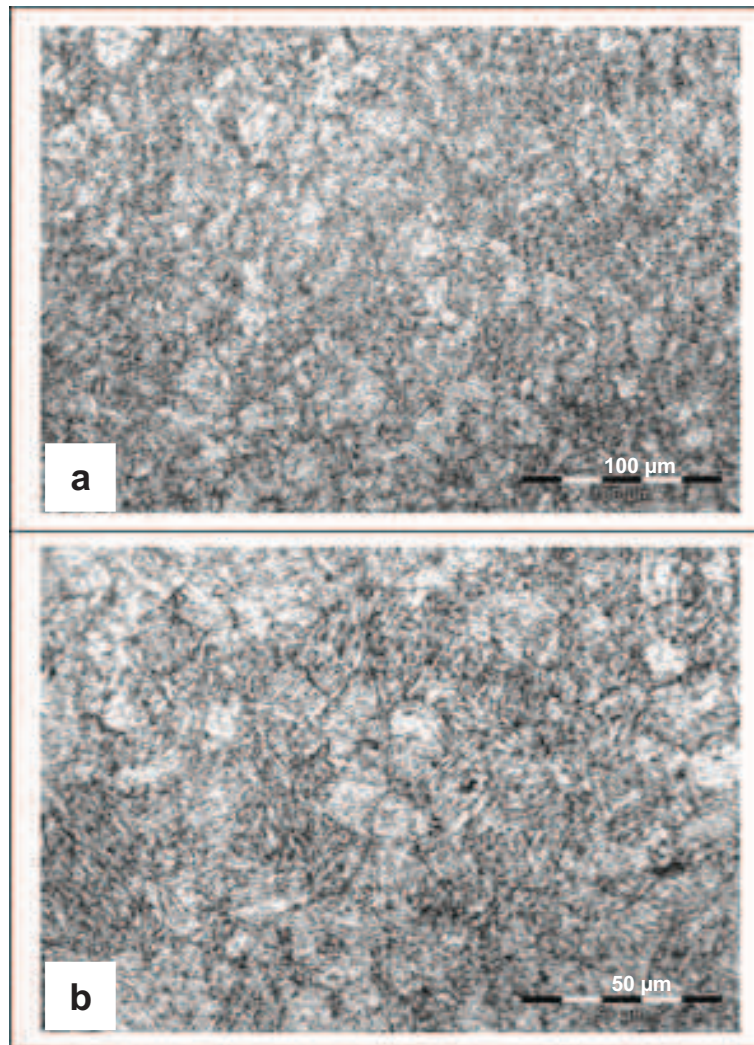


Figure 32: micrographie de l'acier d'étude revenu à 500°C.

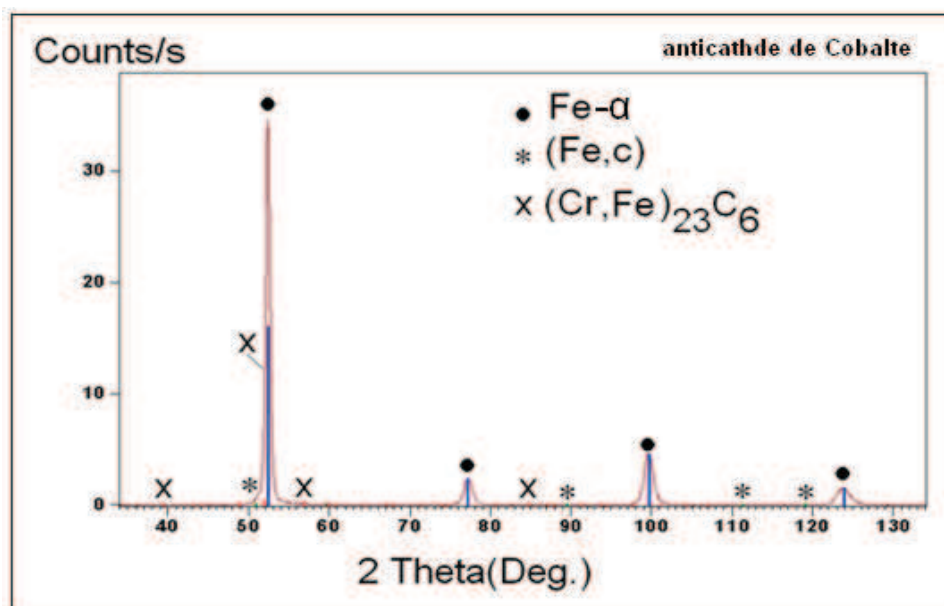


Figure 33: spectre des rayons X de l'acier d'étude après revenu à 500° C.

### III.2.4.2 Revenu

La trempe martensitique contribue à l'obtention d'une dureté élevée mais en contre partie rend l'acier fragile (faible ténacité), inapte à des applications industrielles. C'est pourquoi un (ou des) traitement(s) de revenu ultérieur(s) est (sont) requis pour l'obtention d'une microstructure composée principalement de martensite revenue induisant des propriétés mécaniques appropriées à de telles applications. Un compromis satisfaisant est à rechercher entre les caractéristiques  $R_m$ ,  $R$  et  $H$  d'une part et  $A\%$  et  $K$  d'autre part [2].

Lors du ou des revenus, certaines transformations se produisent en premier lieu dans la martensite, et en deuxième lieu dans l'austénite résiduelle. Après le premier revenu effectué dans la gamme de température de 475 et 500 °C, l'échantillon T1 montre le début du processus de précipitation qui a pour effet d'induire un durcissement structural. Selon la Figure 32, la microstructure optique relative à l'échantillon TR1 revenu à 500 °C pendant 2 h., révèle la disparition des aiguilles de martensite qui est transformée en martensite de revenu composée des lattes plus larges que celles de la martensite formée dans l'échantillon T1. Une baisse sensible de la fraction volumique de l'austénite résiduelle est observée de 4 à 2% tandis que celle des carbures de type  $Cr_{23}C_6$  évolue légèrement de 2 à 3%. Ceci est bien confirmé par les spectres de diffraction de la Figure 33 de l'échantillon TR1.

Puisque les propriétés mécaniques de ces matériaux dépendent fortement de la nature, de la taille, de la densité et de la structure cristalline des précipités formés, une caractérisation fine requiert une méthode de haute résolution telle que la microscopie électronique en transmission (MET) et la tomographie par sonde atomique (APT) [121].

Lors du premier revenu, la fraction volumique de l'austénite résiduelle se transformant en carbures dans une martensite revenue provoque ce que l'on appelle le "durcissement secondaire" [10]. En outre, les contraintes résiduelles de trempe sont relâchées et la densité des dislocations formées après trempe est diminuée [65]. Tous ces mécanismes multiples conduisent à une diminution de la valeur de la dureté de 57 HRC (après trempe) à 54 HRC. La Figure 34 représente la variation des teneurs de l'austénite résiduelle, la ferrite et les carbures en fonction du cycle appliqué des traitements thermiques.

La température du second revenu (600 °C) a pour but la stabilité thermique de la structure obtenue après le premier revenu. Les aciers à outils ne doivent pas être revenu à une température inférieure à la température de mise en service. La Figure 35 montre la microstructure optique de l'échantillon TR2 soumis à un deuxième revenu à la température 600 °C à un temps de maintien de 2 heures. La valeur mesurée de la dureté est de l'ordre de 53 HRC (560 HV).

On note aussi que, les lattes de martensite de revenu, ayant 0.1-2  $\mu m$  de largeur et (0.5 ÷ 15)  $\mu m$  de longueur, sont plus larges que celles de la martensite du premier revenu (TR1). Ces valeurs coïncident avec les résultats obtenus par Delagnes [122].

La température du second revenu n'a pas d'influence sur les carbures puisque l'on retrouve les mêmes types de précipités qu'à la fin du premier revenu (Fig. 36).

Le dosage des phases nous montre la disparition complète de la fraction volumique de l'austénite résiduelle (de 2% à 0%) tandis que la teneur en carbures reste inchangée (3%); cependant, la teneur de la martensite augmente à la valeur 97 %.

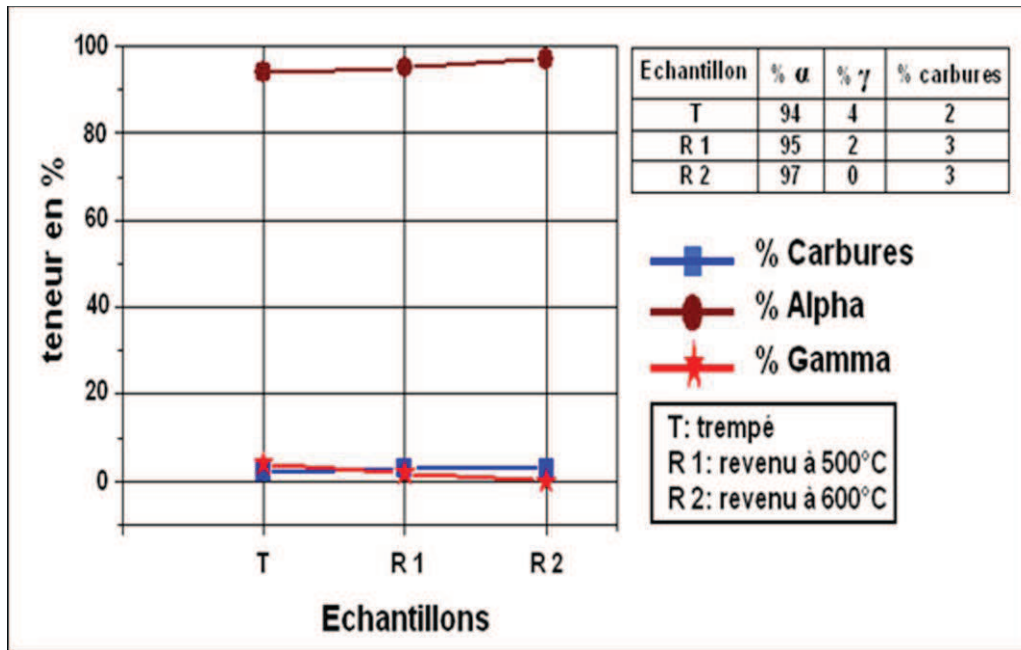


Figure 34: variation des volumes des constituants de l'acier d'étude après chaque traitement thermique.

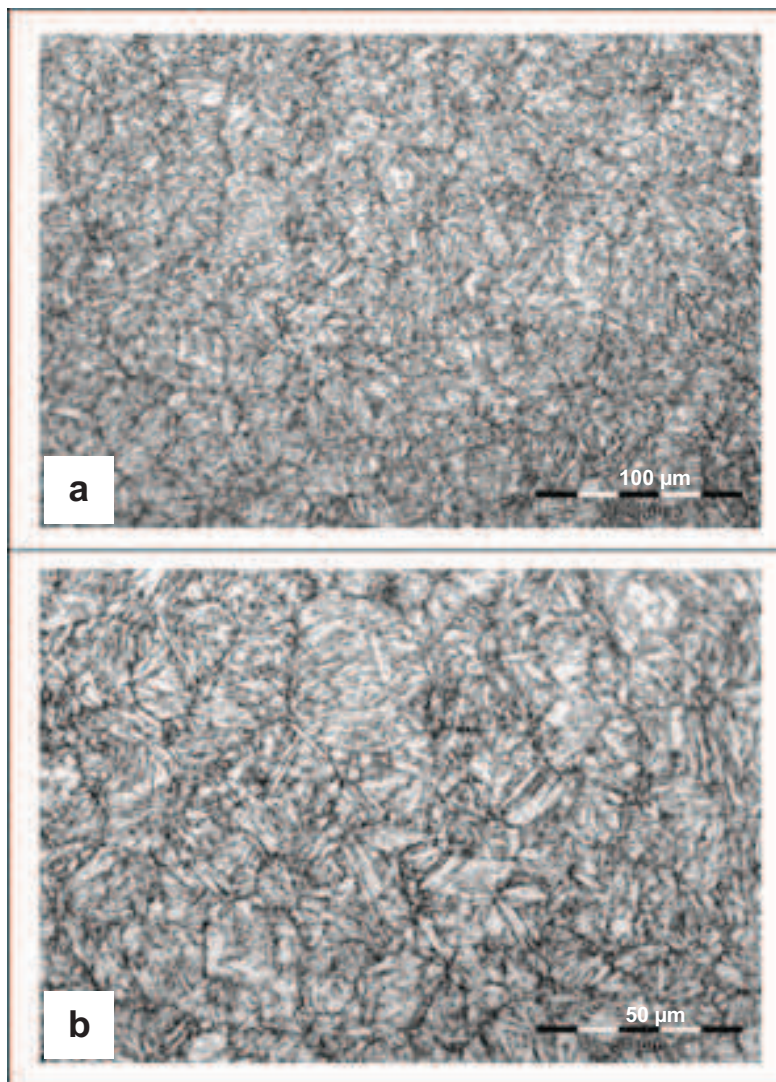


Figure 35: micrographie de l'acier d'étude revenu à 600°C.

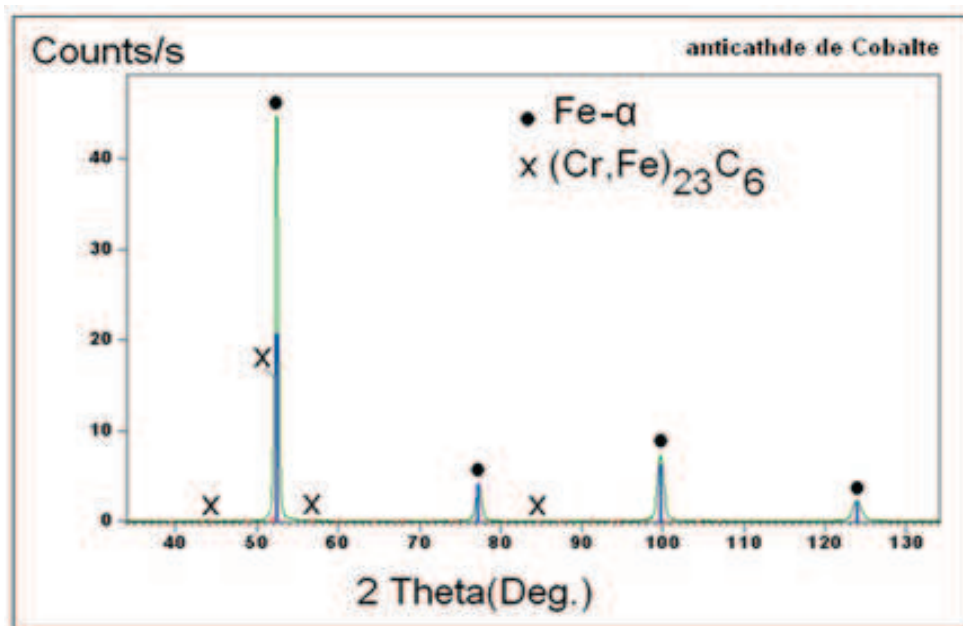
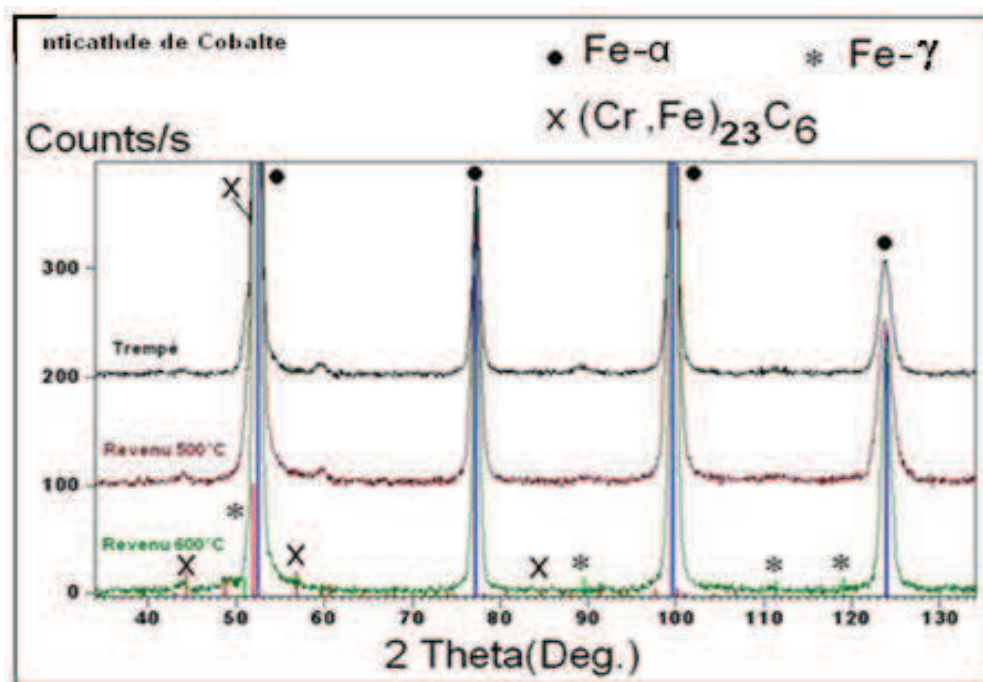


Figure 36: spectre des rayons X de l'acier d'étude après revenu à 600° C.

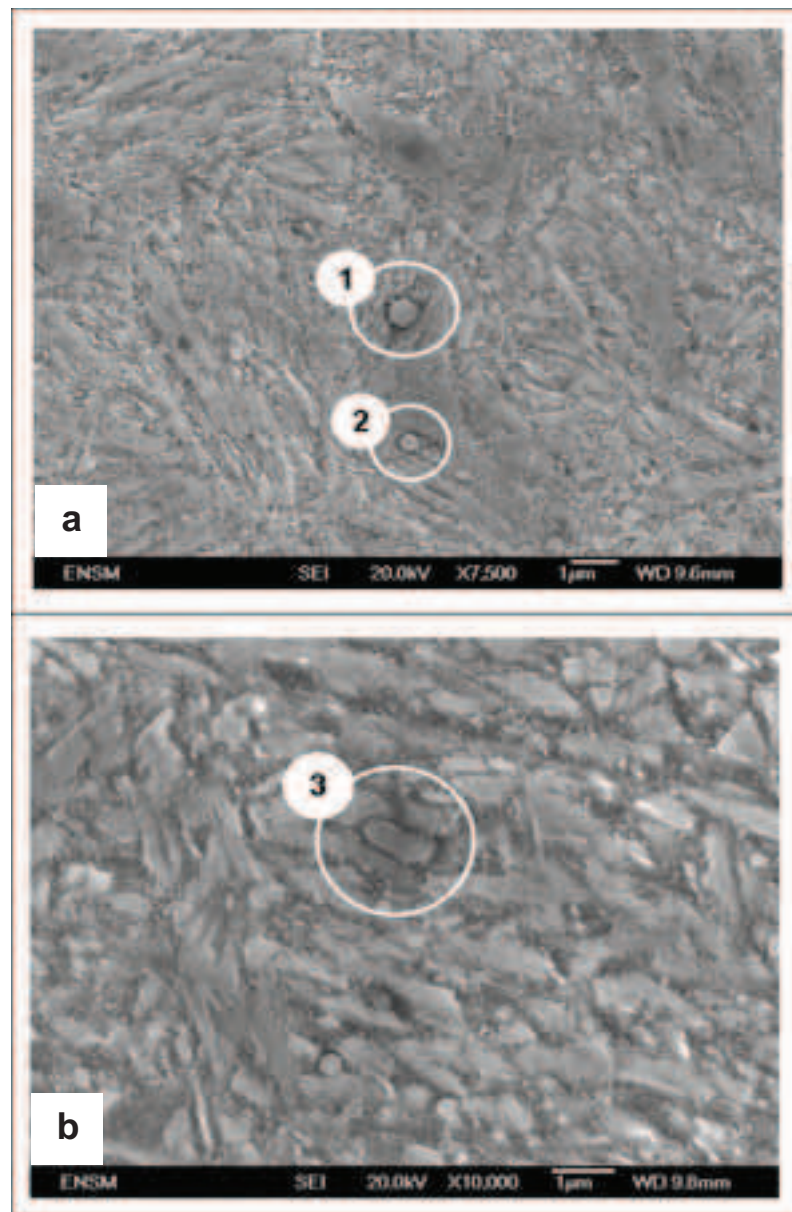


**Figure 37:** spectres de rayon X superposés de l'acier d'étude après traitements thermiques.

La [Figure 37](#), par les spectres de diffraction des Rayons-X montre l'évolution des phases se déroulant au cours des trois traitements thermiques appliqués (trempe, revenu à 500 °C et revenu à 600 °C). A cause de la finesse des précipités formés, les Rayons-X ne révèlent pas l'existence des carbures malgré la présence des éléments d'alliage tels que le vanadium et le molybdène. C'est ainsi qu'on a recours à l'analyseur chimique EDS intégré au microscope électronique à balayage pour détecter la nature de ces fins carbures.

Les [Figures 38 \(a\)](#) et [\(b\)](#) obtenues par MEB montrent la précipitation de carbures de forme globulaire (1) et (2) et des carbures allongés (3), ayant une taille de 0.2 à 1 µm (fine précipitation). L'analyse globale de l'échantillon TR2, présentée en [Figure 39\(a\)](#), met en évidence la présence des éléments d'alliage tels que le chrome, le silicium, le vanadium, le molybdène et l'aluminium.

L'analyse chimique des précipités (1), (2) et (3) par EDS a montré que ces derniers sont de type  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , ([Fig. 39\(b\)](#), [\(c\)](#) et [\(d\)](#)). La mesure de la teneur en silicium 0,88 % en poids est probablement due au rebut du papier abrasif SiC au cours de l'opération de polissage. Si le second revenu est réalisé à une température supérieure à 600 °C, il conduira inévitablement à la coalescence des précipités  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  formés lors du premier revenu [[123](#)].



**Figure 38:** micrographie de l'acier d'étude revenu à 600°C:  
a) Carbures globulaires.  
b) Carbures allongés.

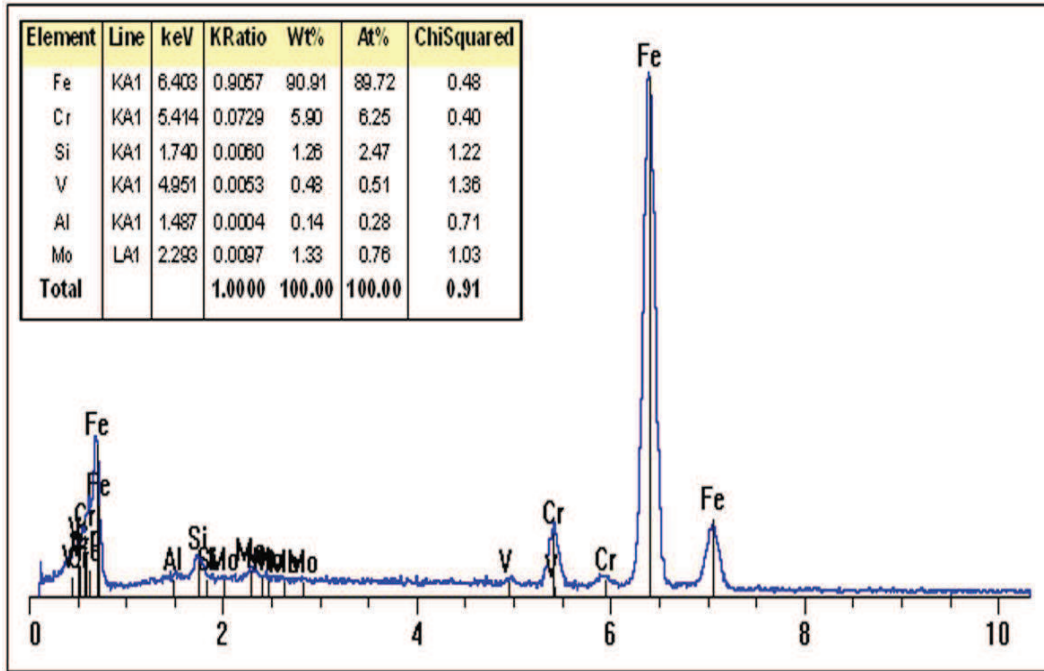


Figure 39(a): l'analyse globale par EDS de l'acier d'étude revenu à 600°C.

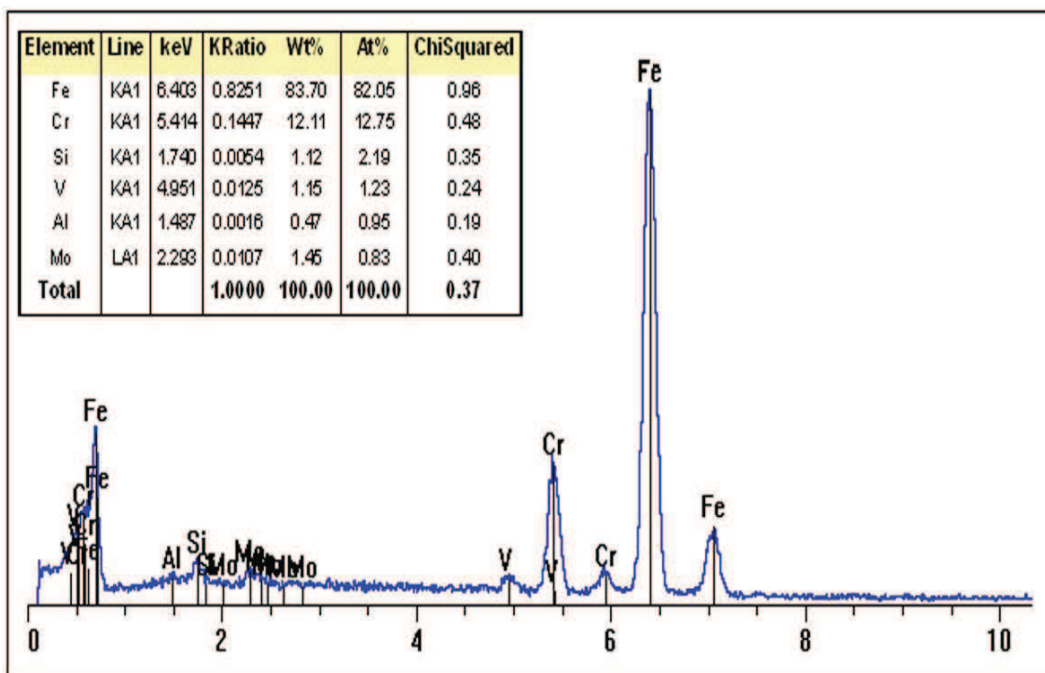


Figure 39(b): l'analyse par EDS du précipité N°:1.

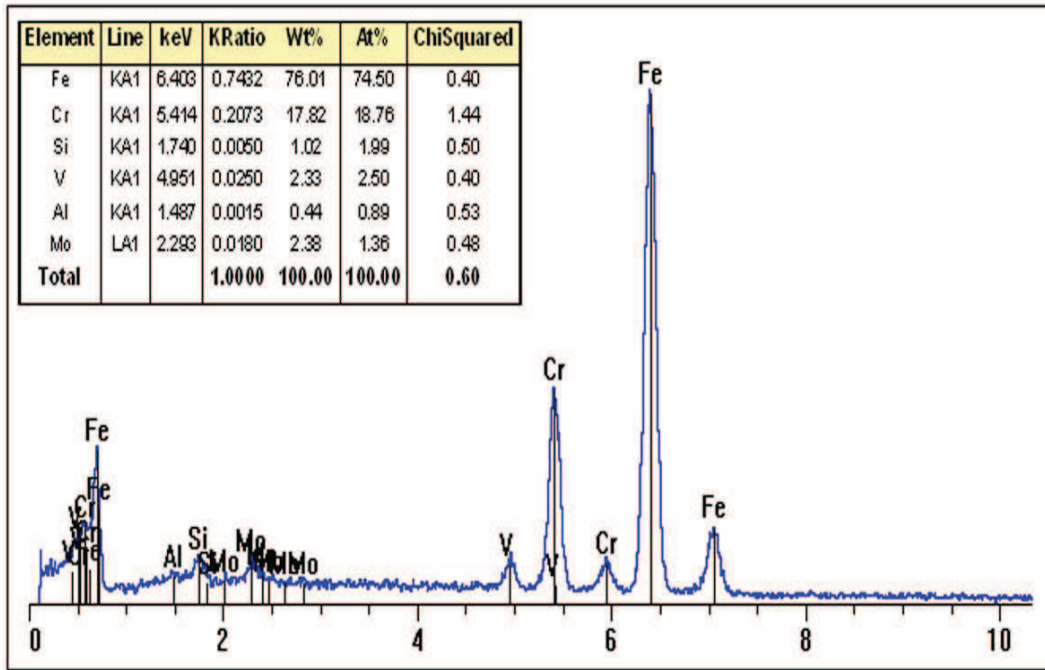


Figure 39(c): l'analyse par EDS du précipité N°:2.

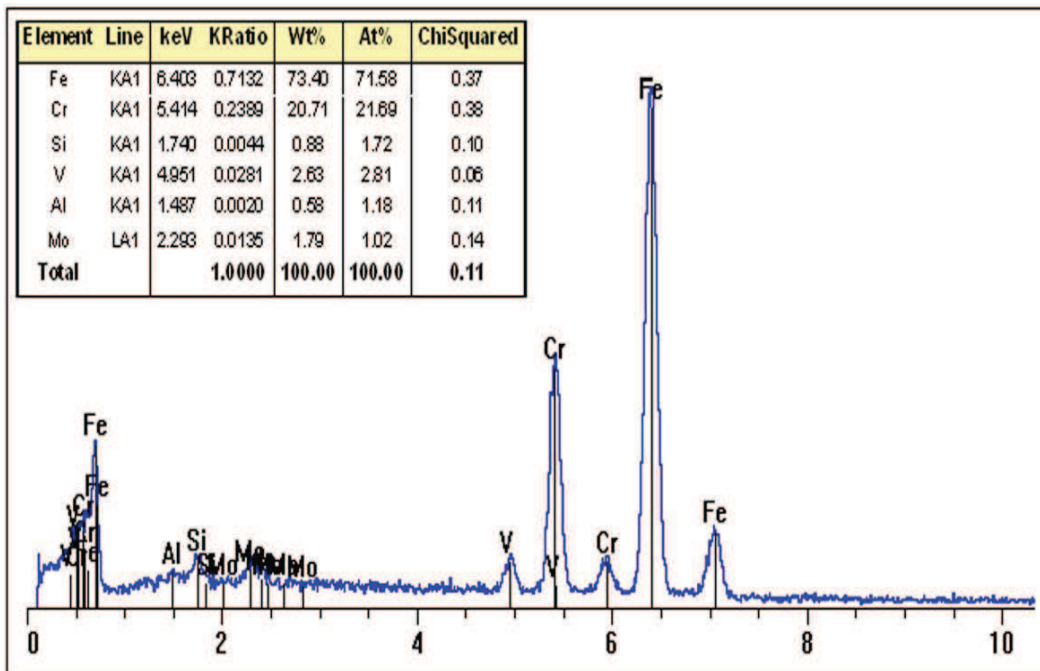


Figure 39(d): l'analyse par EDS du précipité N°:3.

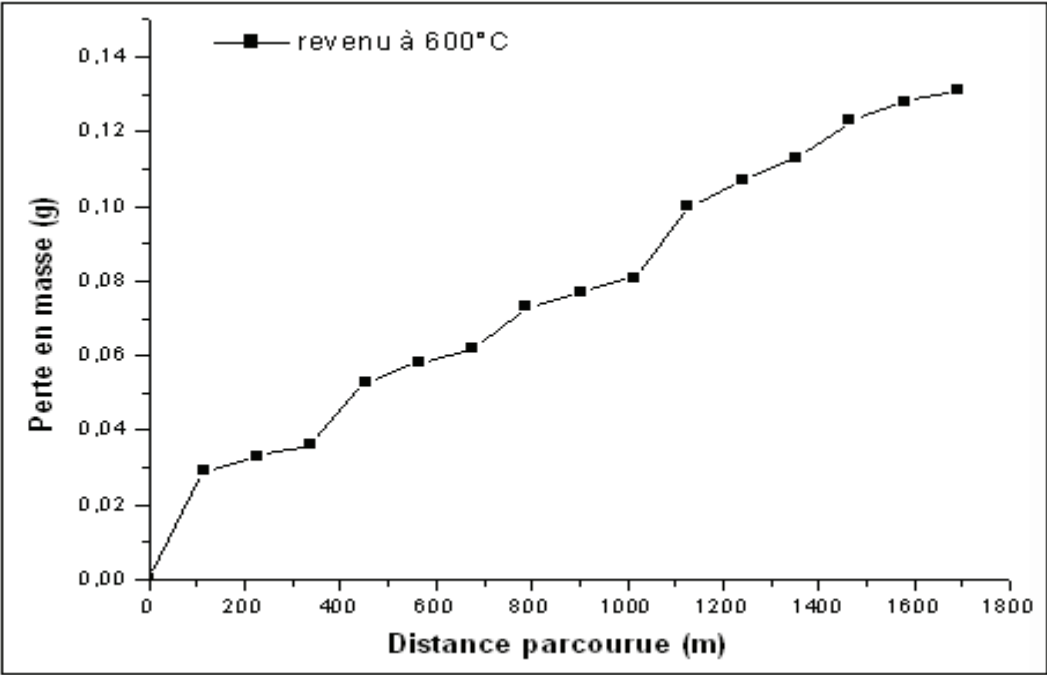


Figure 40: Comportement à l'usure abrasive de l'acier d'étude après revenu à 600°C.

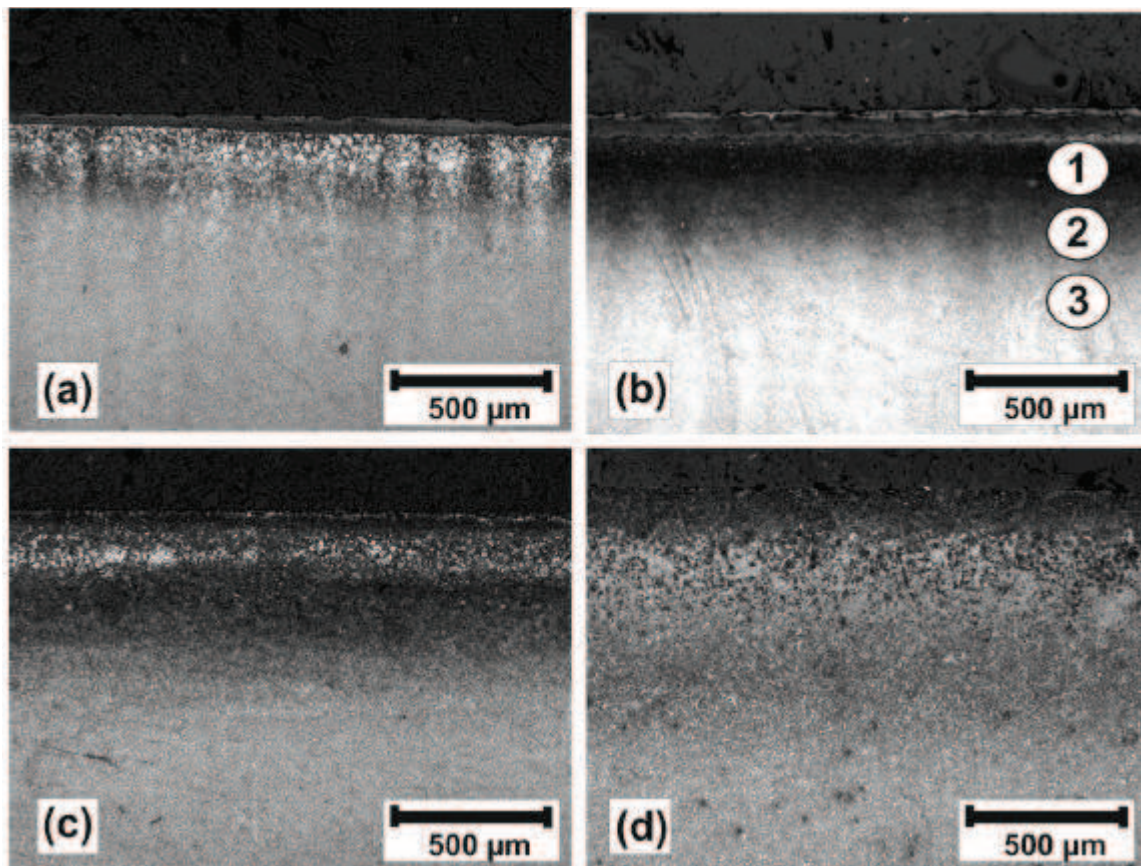
### III.3 Test d'usure par abrasion

Afin d'étudier le comportement de l'échantillon TR2 à la résistance à l'usure, nous avons opté pour le test d'usure par abrasion.

La [Figure 40](#) illustre la courbe d'usure qui représente la perte de masse en fonction de la distance de glissement globale de 1690 m. Selon cette même figure, on remarque que le matériau affiche deux comportements différents. En premier lieu, à une distance parcourue d'environ 113 m, on observe une importante perte en masse  $\sim 29.10^{-3}$ g, correspondant à un taux d'usure élevé  $\sim 25,75.10^{-5}$  g.m<sup>-1</sup>. Ce dernier est lié à la dégradation de la couche d'oxyde formée sur la surface de l'échantillon au cours du traitement thermique. A cause de sa fragilité et sa faible adhérence avec la surface de l'acier l'arrachement de cette couche est ainsi facilité [124].

Au delà de cette distance de glissement et jusqu'à la distance globale égale à 1690 m, le régime d'usure change et prend une allure linéaire. La perte en masse globale est égale à  $131.10^{-3}$  g pour un taux d'usure de  $7,75.10^{-5}$  g.m<sup>-1</sup>. Le comportement de l'acier au cours de ce stade est identique en envisageant que les propriétés mécaniques sont les mêmes dans tout le volume de l'échantillon.

Il est également concevable que des mécanismes d'usures semblables seront attribués aux échantillons, trempé (T1) et trempé-revenu à 500 °C (TR1). Cependant, l'échantillon T1 affiche la plus petite valeur de perte en masse due à un niveau de dureté plus élevé et à une fraction volumique d'austénite résiduelle plus importante favorisant ainsi la résistance à l'usure en diminuant le coefficient de frottement.



**Figure 41:** micrographies optiques des couches cémentées de l'acier d'étude. (a) C 1, (b) C 2, (c) C 3 et (d) C 4.

### III.4 Traitement de cémentation

#### III.4.1 Etude microstructurale

Selon les microstructures obtenues après le traitement de cémentation gazeuse des différents échantillons C1, C2, C3 et C4 (Fig. 41), il est observé une structure composée de martensite de revenu dans laquelle sont imbriqués des carbures précipitant au niveau des joints des grains primaires de l'austénite auxquels s'ajoute une quantité d'austénite résiduelle. Il est aussi clairement observable qu'avec l'augmentation du temps de traitement, la quantité d'austénite résiduelle diminue et les teneurs en carbures et en martensite augmentent relativement.

La pénétration des oxydes dans les couches cémentées est un phénomène typique de la cémentation gazeuse [2,125]. En effet, l'acier durant le processus de cémentation est exposé à une atmosphère qui comporte des composants de l'oxygène comme : CO, CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O. L'oxygène issu de la décomposition de ces composants se combine avec les atomes de fer et des autres éléments comme le chrome, le silicium et le manganèse pour former des oxydes en surface [116]. Ces oxydes peuvent se former au niveau des joints des grains austénitiques ou à l'intérieur de ces derniers. Il est bien connu que ce phénomène d'oxydation interne est défavorable à cause de son effet néfaste sur la résistance à la fatigue. Les grains oxydés sont des sites favorables à l'initiation et à la propagation des fissures. En outre, selon notre acier d'étudié, certains éléments d'alliage agissent d'une manière sensible sur la diffusion du carbone au cours de la cémentation [32].

Selon les mêmes microstructures, il est tout à fait notable que la profondeur de l'oxydation interne augmente en fonction du temps de traitement car la teneur d'oxygène réactant en surface augmente et par conséquent la quantité des oxydes formés augmente en conséquence. Ces observations sont similaires avec celles de ASI et al. [116] pour le même traitement.

A titre d'exemples, en Figure 42 sont illustrées les microstructures de l'échantillon C2, obtenues par microscopie électronique à balayage selon différentes zones et différents grossissements.

- la **Zone I** représente la couche cémentée proprement dite dans laquelle la précipitation de carbures s'est faite en réseaux le long des joints de grains. Il est bien connu qu'une telle précipitation peut affecter les propriétés mécaniques du matériau telles que la dureté et en l'occurrence la résistance à l'usure. A ce stade, la teneur élevée en carbone de l'acier d'étude (0.52%) peut être la cause d'une telle configuration [120]. En outre, selon CHRISTIANSEN et al. [42], la décomposition de l'austénite, permettant la précipitation des carbures de chrome, s'accompagnera inévitablement d'une rétractation du chrome de la solution solide; ce qui aura pour effet d'affecter négativement la résistance à la corrosion du matériau traité.

- **Zone II** : représente la couche adjacente à la couche superficielle et se présente comme la zone de transition entre la surface et le cœur des échantillons. Elle est caractérisée par une forte précipitation des carbures de forme allongés.

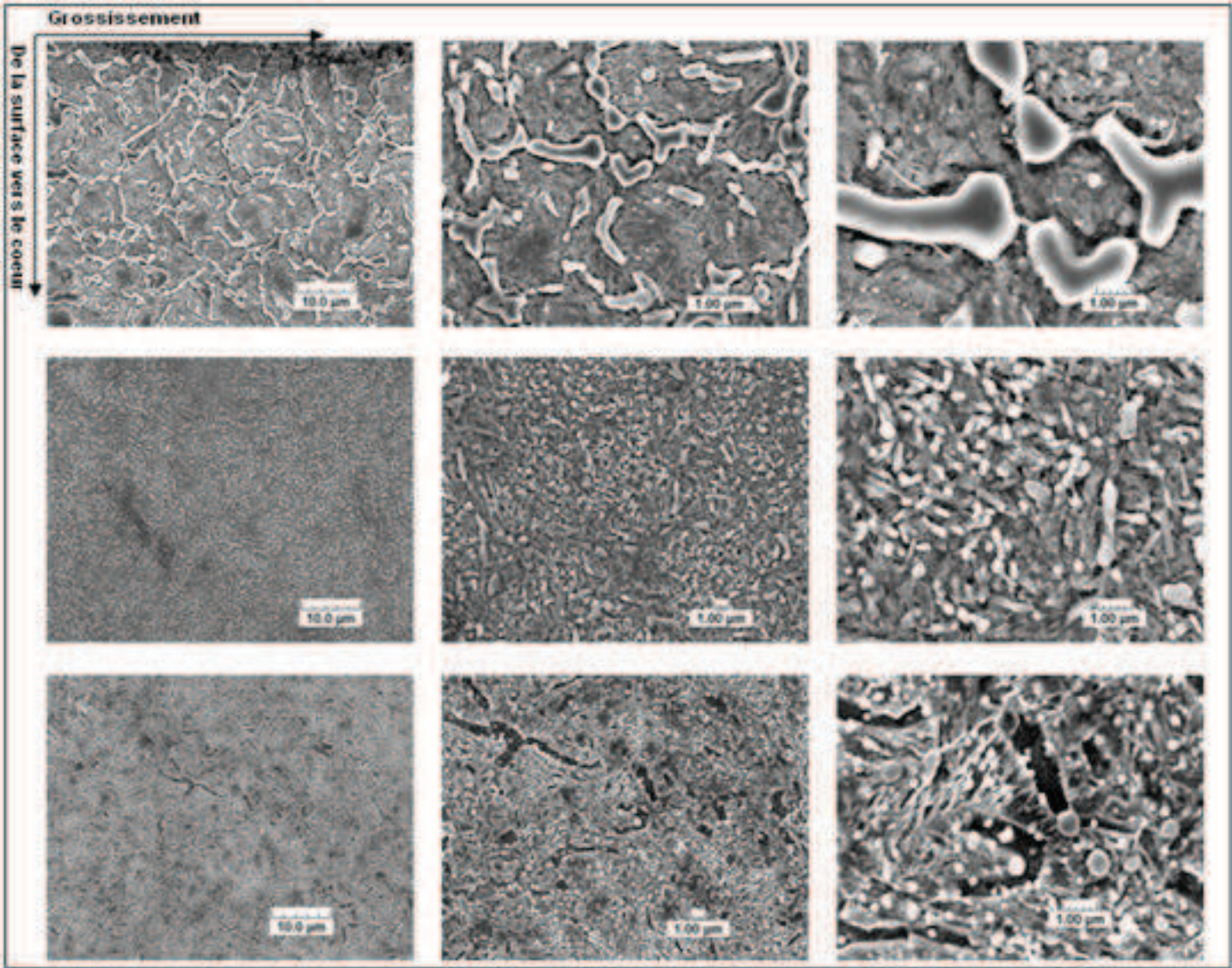


Figure 42: microstructure de d'étude cimenté pendant 2 h.

- **Zone III** : représente enfin le cœur de l'échantillon. La microstructure de base se compose principalement de martensite de revenu, d'austénite résiduelle et de fins carbures de forme globulaire. En outre, il peut être noté que la forme de ces derniers a plutôt tendance à être sphérique sans l'existence de réseau comme il a été observé pour la zone de transition.

Dans le **Tableau 5**, sont affichés les résultats de diffraction des rayons X dans lequel il est possible d'estimer les fractions volumiques de l'austénite résiduelle et ce dans chaque échantillon cémenté (C1, C2, C3 et C4). Il est à remarquer que la diffraction des Rayons-X n'a pas révélé la présence d'oxydes car ils étaient préalablement éliminés par polissage électrolytique afin d'acquérir plus de précision dans les mesures effectuées pour l'évaluation des fractions volumiques de l'austénite résiduelle.

Tableau 5 dosage des phases apres traitements de cémentation.									
ant Cuivre					C1	C2	C3	C4	
dosage austenite	ferrite		austénite	t mesure	25	15	30	15	
h k l	$i^*\alpha$	$2\theta$	$i^*\gamma$	$2\theta$	Im	Im	Im	Im	
1 1 1			101,59	43,45	141,5	67,30	29,1	7,4	
1 1 0	137,32	44,44			497,4	327,00	788,6	352,3	
2 0 0			46,04	50,57	67,2	28,10	10,3	4,8	
2 0 0	18,84	64,82			78	43,50	108,9	45,8	
2 2 0			23,63	74,43	46,4	12,30	9,3	2,5	
2 1 1	33,72	82,05			134,7	76,30	228	99,3	
3 1 1			26,61	90,35	45,2	17,80	6,2	4,1	
2 2 2			7,8	95,68	11	7,10	3,4	0,7	
2 2 0	10,77	99,06			33,4	30,00	64,5	27,7	
somme I $\alpha$	200,65				743,5	476,8	1190	525,1	
somme I $\gamma$			205,67		311,3	132,6	58,3	19,5	
$I\alpha / I^*\alpha$					3,71	2,38	5,93	2,62	
$I\gamma / I^*\gamma$					1,51	0,64	0,28	0,09	
$I\alpha / I^*\alpha + I\gamma / I^*\gamma$					5,22	3,02	6,21	2,71	
					$v\% \gamma$	29	21	5	3
					$v\% \alpha$	71	79	95	97

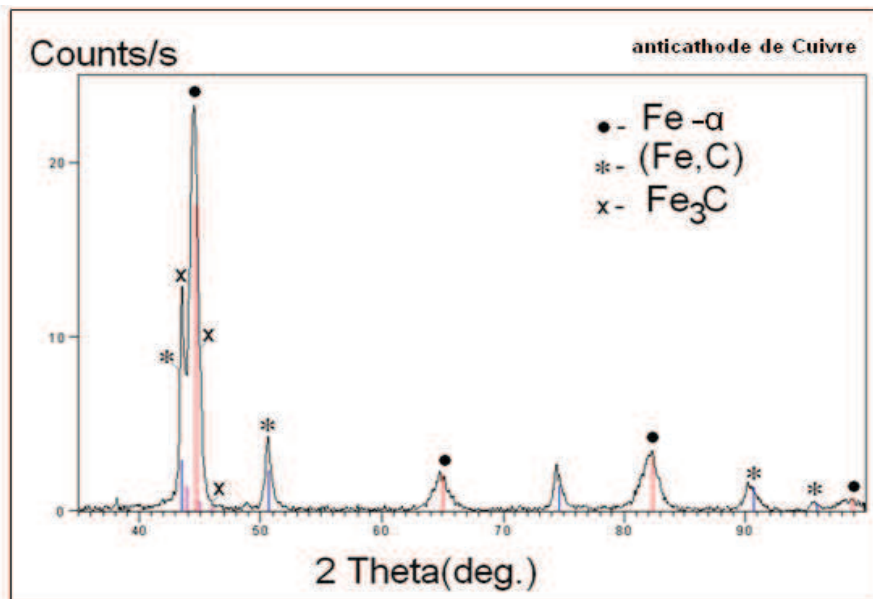


Figure 43: Diffractogramme de l'échantillon C1.

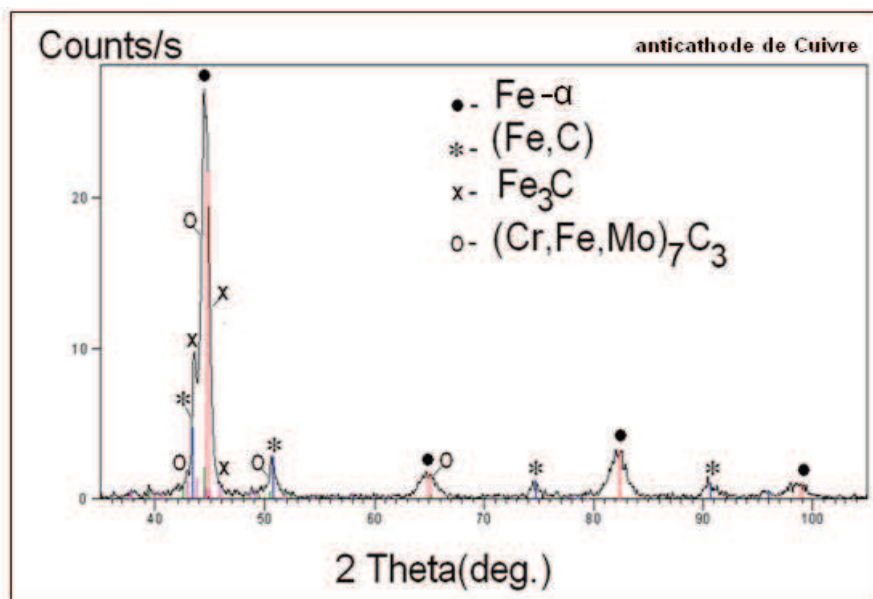


Figure 44: Diffractogramme de l'échantillon C2.

L'échantillon C1 (Fig. 43) est caractérisé par une structure martensitique de revenu dans laquelle sont imbriquées de la cémentite ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) et une importante quantité d'austénite résiduelle. En Figure 44, l'échantillon C2 se compose en plus de carbures de type  $\text{M}_7\text{C}_3$  où M représente le fer, le chrome et le molybdène, comme il a été révélé par la diffraction X. En augmentant le temps de cémentation, l'échantillon C3 correspondant (Fig. 45) se compose d'un autre type de carbures ( $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ) qui viennent s'ajouter aux premiers formés dans l'échantillon C2 où M représente le chrome et le nickel. Finalement, pour l'échantillon C4 (Fig. 46), le carbure  $\text{M}_7\text{C}_3$  est supprimé en raison du faible degré de sursaturation de carbone dans la matrice et à cause de la stabilisation de l'austénite résiduelle (forte teneur en carbone). Par conséquent, la précipitation des carbures  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  incorporé dans la martensite de revenu évoluera. La formation de carbures est favorisée par la température de revenu égale à  $200^\circ\text{C}$ . Dans ce contexte, il a été rapporté que l'acier cémenté et revenu à cette température se caractérisera par d'excellentes propriétés mécaniques [126].

En Figure 47 sont illustrés les spectres de diffraction des Rayons-X des échantillons cémentés. La méthode de calcul par la technique des Rayons-X [110] utilisée pour la détermination des différentes fractions volumique des phases formées montre que la teneur en austénite résiduelle diminue avec l'augmentation de la durée de traitement, en contre partie, celle de la martensite augmente. Les fractions volumiques mesurées de l'austénite résiduelle sont 29%, 21%, 5% et 3% respectivement pour les échantillons C1, C2, C3 et C4 comme il est représenté en Figure 48.

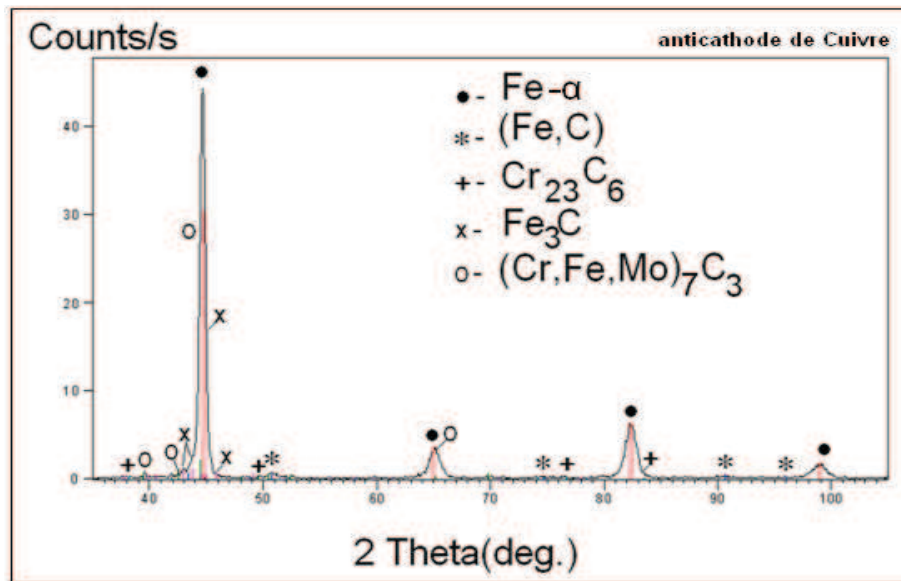


Figure 45: Diffractogramme de l'échantillon C3.

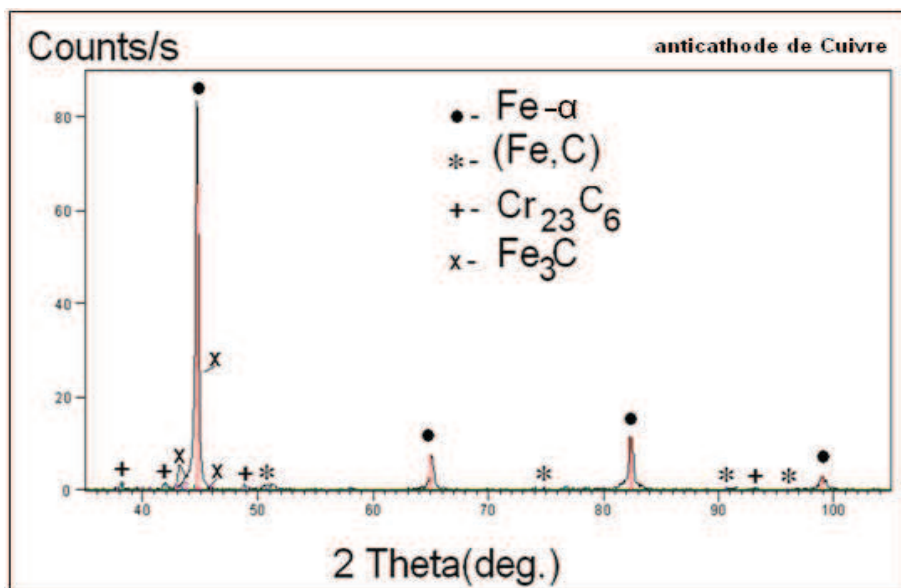


Figure 46: Diffractogramme de l'échantillon C4.

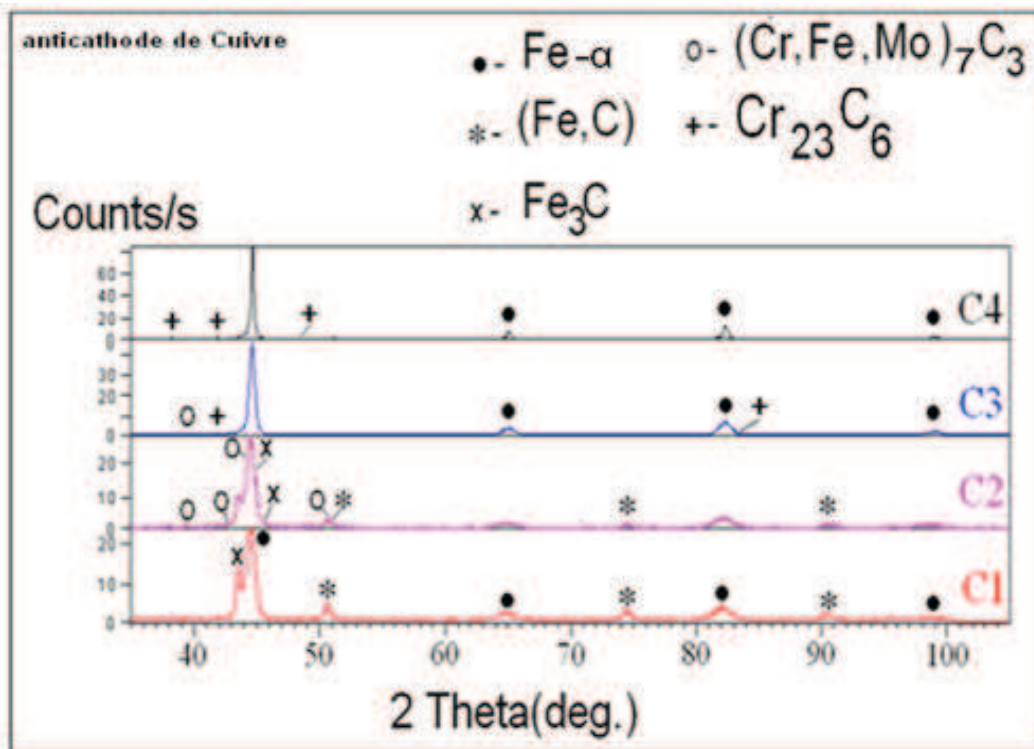


Figure 47: Spectres de diffraction superposés des échantillons C1. C2. C3 etC4.

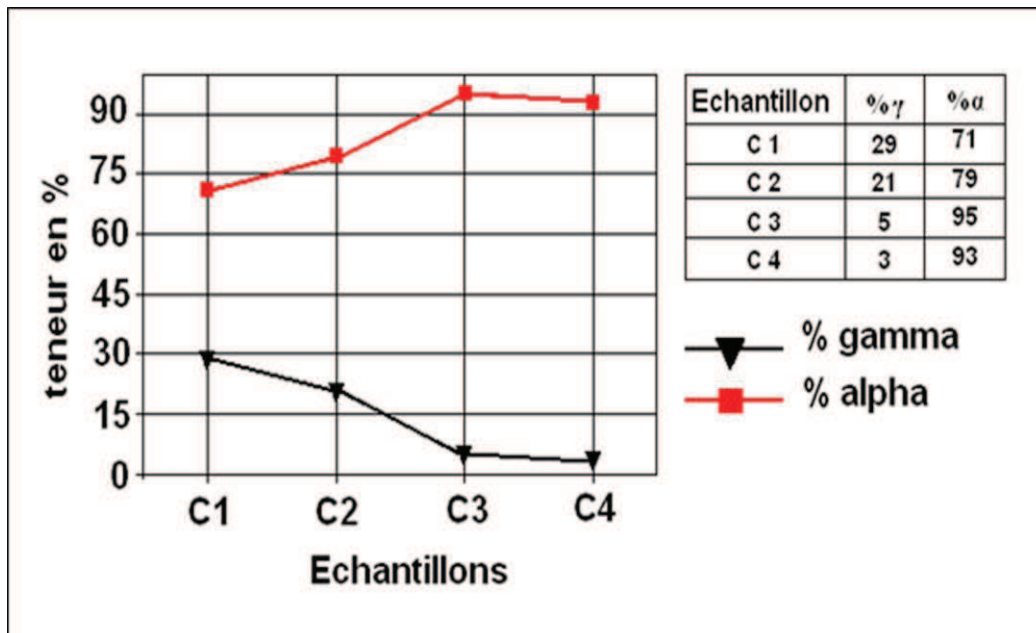
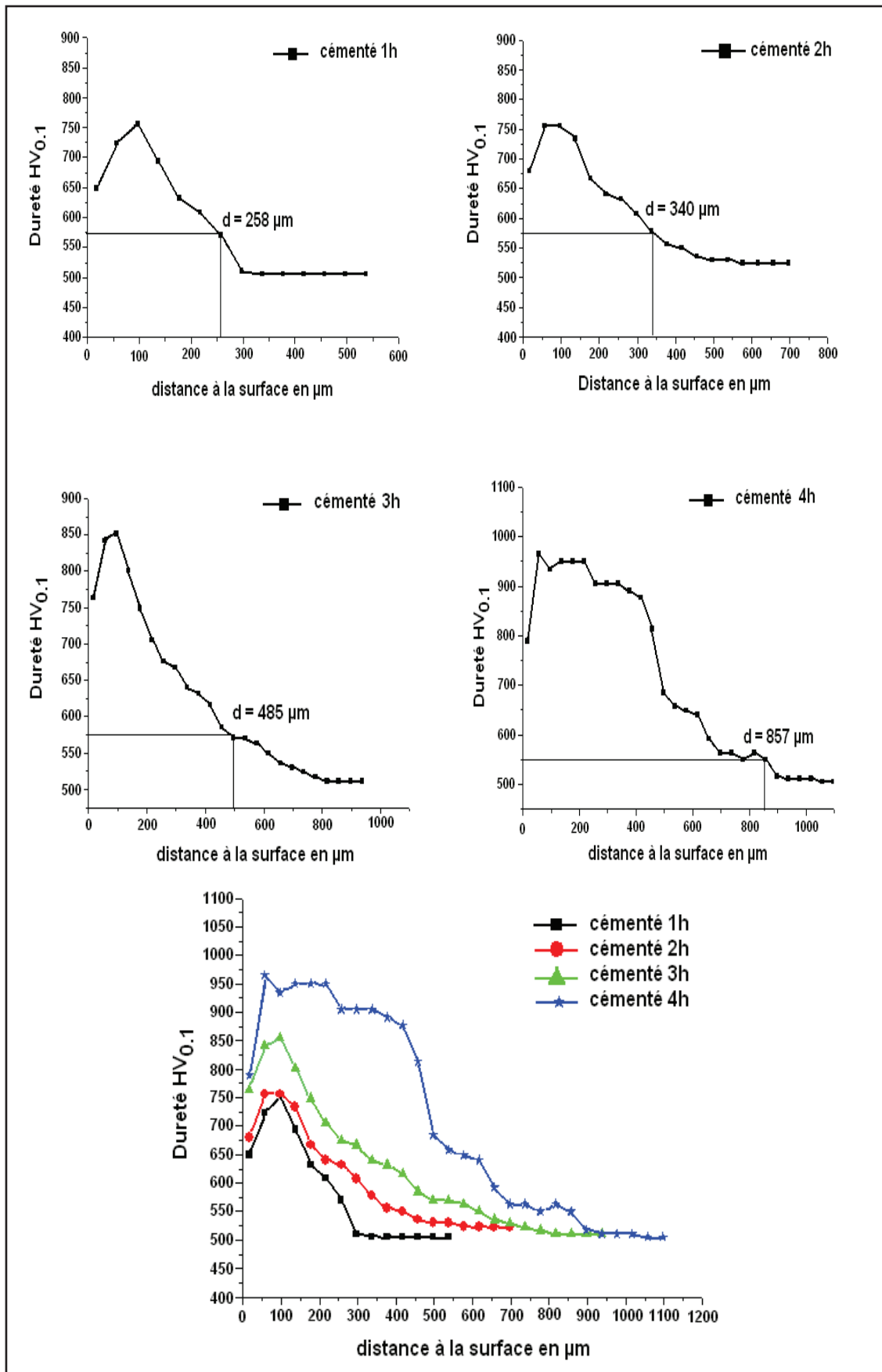


Figure 48: Evolution des fractions volumiques des phases (martensite et austénite résiduelle) en fonction du temps de traitement de cémentation.



**Figure 49:** Profils des microduretés des couches cimentées pour les échantillons traités à différents temps de maintien.

### III.4.2 Propriétés mécaniques

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

#### III.4.2.1 Microdureté

De la [Figure 49](#), on peut déduire l'influence de temps de traitement sur l'évolution de la microdureté des surfaces cémentées. Il est remarquable, de prime abord, que les profils de microdureté des échantillons sont similaires. Il est également observable, de manière générale, que la microdureté  $HV_{0.1}$  diminue progressivement de la surface vers le cœur pour se stabiliser par la suite, indiquant ainsi la fin du traitement. Cette diminution est probablement due au changement dans la concentration de carbone de la surface vers le cœur. Les valeurs des microduretés mesurées des échantillons sont enregistrées dans le [Tableau 6](#).

<b>Tableau 6</b> Valeurs des microduretés ( $HV_{0.1}$ ) mesurées des échantillons cémentés en surface et au cœur.				
Echantillons	C1	C2	C3	C4
Surface	756	756	856	965
Substrat	513	523	509	511

En extrême surface, la valeur de la microdureté est bien inférieure à celle de la couche cémentée. Ceci est dû à la présence d'oxydes (oxydation interne) qui sont caractérisés par une dureté beaucoup inférieure. D'après le même tableau, la valeur de la microdureté se voit augmenter en fonction de l'augmentation du temps de cémentation. Ceci est bien expliqué par les diminutions des teneurs de l'austénite résiduelle correspondantes. En effet, il est bien connu que cette phase est moins dure par rapport à la martensite. En outre, la précipitation des carbures dans la couche cémentée de l'échantillon C4 contribue également à l'augmentation de sa dureté.

Avec l'augmentation du temps de traitement de cémentation, en surface, il est constaté une augmentation des valeurs de la microdureté qui passent de 756 pour les échantillons C1 et C2 à 856 et 965  $HV_{0.1}$  respectivement pour les échantillons C3 et C4. Cette augmentation de la dureté peut être attribuée ainsi à la diminution de la valeur de la fraction volumique de l'austénite qui passe de 29% pour l'échantillon C1 à 3% pour l'échantillon C4. Finalement, les valeurs de microduretés relatives au substrat (509- 523)  $HV_{0.1}$  sont presque similaires pour tous les échantillons. A ce stade, il peut être conclu que le traitement de cémentation n'influe pas sur la dureté du cœur de l'acier traité par rapport au temps de maintien.

L'épaisseur des couches cémentées peut être définie comme étant la distance de la surface jusqu'au point où la dureté est égale à 550 HV [2]. Ainsi, à partir de la [Figure 49](#), il été donc possible de déterminer ces valeurs qui sont enregistrées dans le [Tableau 7](#).

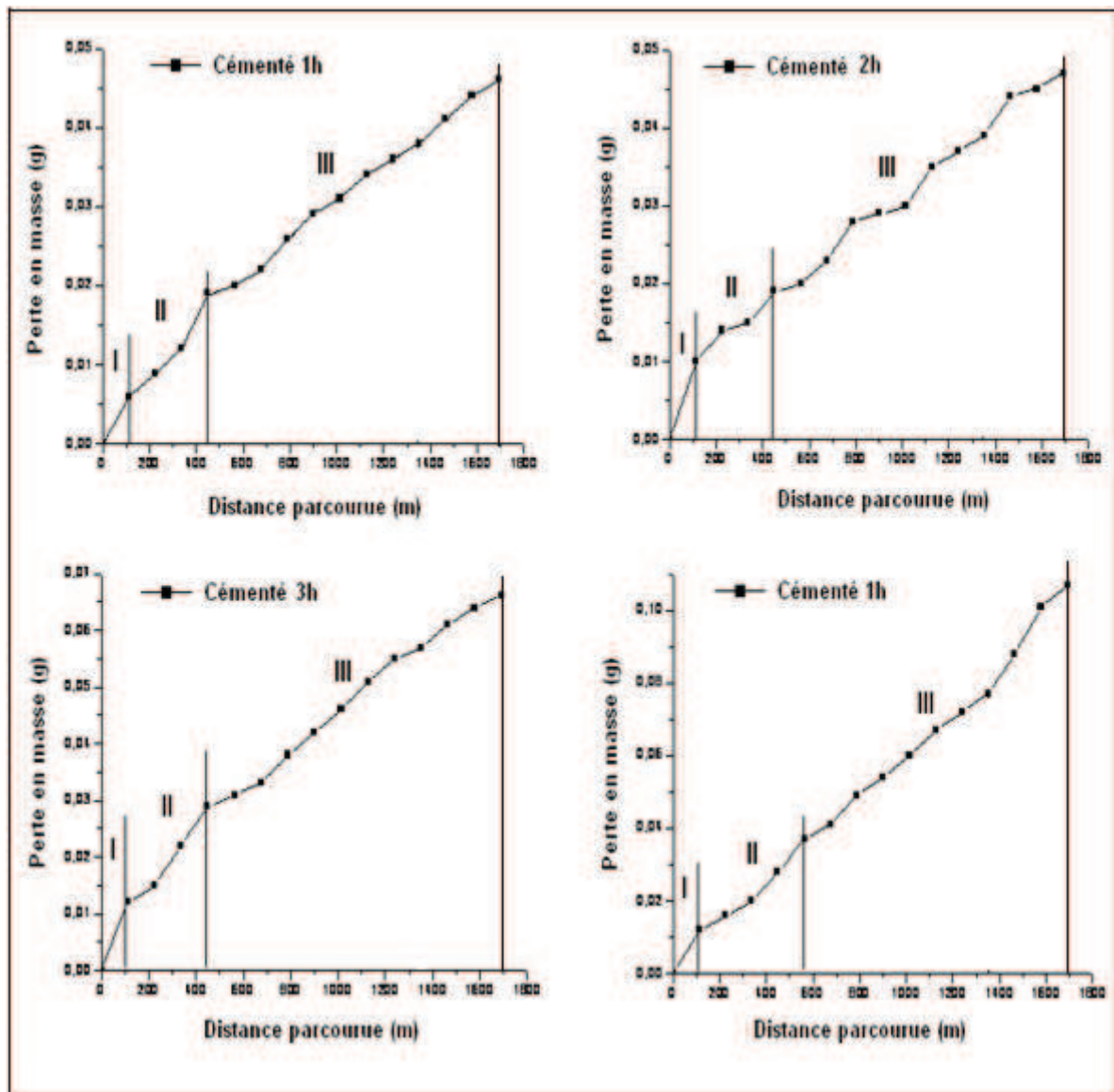


Figure 50: Comportement à l'usure abrasive des échantillons: C1, C2, C3, C4.

**Tableau 7** Epaisseurs effectives des couches cémentées en fonction du temps de traitement.

Echantillon	Epaisseurs ( $\mu\text{m}$ )
C 1	258
C 2	340
C 3	485
C 4	857

### III.4.2.2 Résistance à l'usure

Selon DA SILVA [51], la résistance à l'usure dépend principalement de la teneur en austénite résiduelle formée dans les couches cémentées. En complément, BARRALIER [78] établit que l'augmentation de la dureté conduit parfois à des fragilités de ces couches qui altèrent négativement la tenue à l'usure.

La Figure 50 montre les courbes d'usure représentant la perte de masse en fonction de la distance de glissement respectivement pour les échantillons cémentés C1, C2, C3, et C4. Il y est distinguable 3 zones principales:

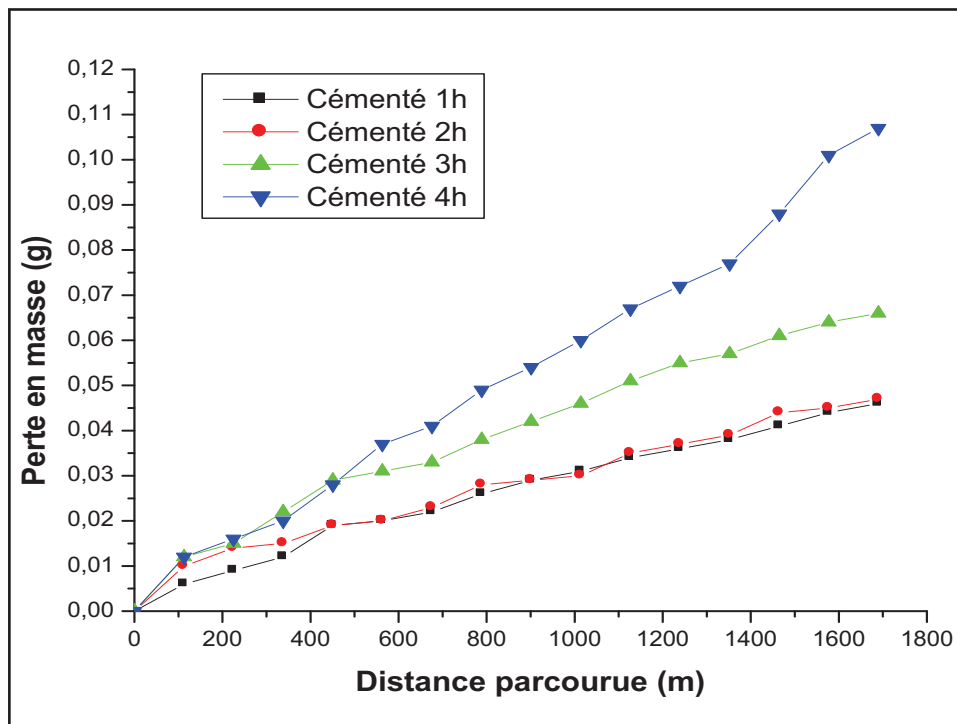
- **Zone I** correspondant à une distance de glissement de 0 à 113 m est caractérisée par une perte en masse et un taux d'usure correspondant très élevés. Ce dernier est de l'ordre de  $89.10^{-4} \text{ g.m}^{-1}$ . Ceci peut être attribué à la présence de fines couches d'oxyde en surface qui sont fragiles et moins adhérents.

- **Zone II** correspondant à une distance de glissement de 113 à 450 m, est caractérisée par une perte en masse plus modérée et stationnaire. Le faible taux d'usure correspondant qui est de l'ordre de  $34.6.10^{-4} \text{ g.m}^{-1}$  peut être expliqué par la précipitation des carbures homogènes dans la couche durcie conjuguée à une teneur élevée en austénite résiduelle. Cette structure conserve un bon niveau de ductilité qui influe directement sur la résistance à l'usure.

- **Zone III** correspondant à une distance de glissement de 450 à 1690 m, le comportement à l'usure est caractérisé par la plus grande vitesse d'usure  $64.6.10^{-4} \text{ g.m}^{-1}$  qui correspond à l'échantillon C4

Selon les résultats issus de l'analyse de la Figure 51, il peut être conclu que les taux d'usure globaux est partiels augmentent avec la diminution de la teneur en austénite résiduelle. Il est constaté, particulièrement que les échantillons C1 et C2 ayant respectivement une teneur en austénite résiduelle de 29% et 21% affichent une meilleure résistance à l'usure comparativement aux échantillons C3 et C4 avec 5 et 3% en teneur d'austénite résiduelle, respectivement.

L'ensemble de ces résultats présente un effet contradictoire entre la présence d'austénite résiduelle favorisant l'amélioration de la résistance à l'usure abrasive et les carbures qui sont dotés d'une dureté très élevée. Cependant, les carbures sont connus pour être nuisibles en raison de leur fragilité [127]. En effet, les carbures étant très durs, il est attendu que leur présence, en quantité suffisante, puisse



**Figure 51:** Perte en masse en fonction de la distance de glissement des échantillons C1, C2, C3, C4.

garantir en surface une meilleure résistance à l'usure. Cet état de fait peut être vrai quand des carbures de forme sphéroïdale puissent être formés dans une matrice non martensitique. Ainsi, quand la structure est martensitique renfermant de l'austénite résiduelle en proportions variables, la teneur des carbures présents ne peut avoir d'influence significative sur la résistance à l'usure [49].

## CONCLUSION GENERALE

Ce mémoire a été consacré à l'étude d'un acier à outil de travail à chaud industriel dont la composition chimique est proche de celle d'aciers normalisés tels que AISI H11 et H13.

Ces aciers utilisés trouvent leurs applications dans différents domaines tels que le moulage sous pression, l'extrusion à chaud, le matriçage et le moulage de plastique. A cause des conditions de mise en service très sévères, ils sont appelés à remplir des critères assez rigoureux concernant leur propriétés d'emploi: dureté, résistance à l'usure, ténacité et stabilité dimensionnelle dans le but d'assurer à l'outil une bonne performance et une durée de vie acceptable. Par conséquent, des éléments d'alliage appropriés combinés avec des paramètres optimaux de traitement sont impératifs pour leurs propriétés finales. Celles-ci sont en étroite dépendance avec les microstructures obtenues, la distribution adéquate de phases formées. C'est dans cette optique que notre étude trouve sa signification par des traitements thermiques et thermo-chimique telle que la cémentation gazeuse.

Sur la base de nos résultats issus des investigations entreprises, les conclusions suivantes peuvent être tirées:

- Des informations sur la microstructure et sa relation avec les propriétés citées sont fournies. Ainsi, après le recuit d'homogénéisation, l'acier étudié présente une structure ferritique englobant des carbures du type de  $M_3C$  et  $M_7C_3$  ainsi que  $M_{23}C_6$  dispersés dans la matrice.

- Après austénitisation à 1050 ° C pendant 15 min et une trempe à l'huile à température ambiante, l'acier acquiert une structure martensitique en lattes avec une fraction volumique d'austénite résiduelle de 4% liée à une teneur de 2% en carbures de type  $M_{23}C_6$ .

- Après un double revenu à 500 °C et 600 °C respectivement, l'acier affiche certains processus de transformation au niveau de la martensite, consistant principalement en une diminution de la teneur en austénite résiduelle (jusqu'à 0%) et à une légère augmentation de la teneur des carbures  $M_{23}C_6$  (jusqu'à 3%).

- Les valeurs relatives à la dureté et à la résistance à l'usure après traitement global suggéré confirment la fiabilité de l'outil de part la microstructure obtenue.

- Pour ce qui est des propriétés telles que la ténacité et la stabilité dimensionnelle, les résultats ne sont pas satisfaisants en raison du choix de la trempe à l'huile à température ambiante conduisant à la fissuration du matériau.

- Le traitement d'amélioration des propriétés de surface par la cémentation gazeuse à la température 930°C pour des temps de maintien allant de 1h jusqu'à 4h suivi d'un

revenu de 2h, conduit à la formation d'une microstructure martensitique de revenu constituée principalement de précipités de  $Fe_3C$ .

- Les valeurs mesurées des profondeurs des couches cémentées varient de 269 à 780  $\mu\text{m}$  en fonction du temps de traitement.

- La diffraction par Rayons X révèlent l'existence des carbures de type  $M_7C_3$  (M : Cr, Mo) et  $M_{23}C_6$  (M ; Cr, Ni).

- Les résultats d'analyse des Rayons X ont montré que les teneurs d'austénite résiduelle en surface des échantillons cémentés régressent 29, 21, 5 et 3% en fonction des temps de maintien de 1, 2, 3 et 4 h respectivement.

- Les tests de microdureté révèlent une augmentation des valeurs de dureté superficielles de 756 à 950  $HV_{0,1}$  (entre 1h et 4h). Cette augmentation est expliquée par l'augmentation de la teneur des carbures formés et la diminution dans l'austénite résiduelle. Quant à la dureté du cœur, elle n'est pas affectée par le traitement de cémentation appliqué.

- Le test d'usure par abrasion nous a permis d'étudier le comportement tribologique après le traitement de cémentation et d'illustrer les différents domaines d'usure en fonction des couches formées en surface des échantillons. Les meilleurs résultats de la résistance à l'usure sont obtenus pour les échantillons cémentés pendant 1 h et 2 h pour lesquels la teneur en l'austénite résiduelle est maximale produisant le phénomène inverse par rapport aux mesures des microduretés.

- Le traitement optimal correspond à l'échantillon cémenté pendant 2 h.

En perspective :

- Parmi les traitements thermiques préconisés dans notre étude, un traitement de martempring (trempage étagé) est recommandé afin d'éviter la formation des fissures et de parvenir à une bonne finition, une dureté élevée et moins de risques de déformation excessive ou de fissuration.
- D'autres traitements thermo-chimiques tels que la carbonituration (article accepté, 2010 dans la revue "*Surface Engineering*") et la nitrocarburation seront aussi souhaitables en vue d'améliorer les propriétés de surface de ces outils.

- [1] R. LÉVÊQUE , technique de l'ingénieur ; *les aciers à outils*. M330.
- [2] J.BANALIS, G.MEADER, *Précis de métallurgie-Elaboration, structure,propriétés, normalisée* ; Edition Nathau 1997.
- [3] M. COLOMBIE , *Matériaux industriels, matériaux métallique* ; DUNOD,Paris 2000
- [4] L.COLOMBIER, *les aciers à outils et leur traitement thermique*,1971,PYC-EDITION, Paris.
- [5] V. Leskovsek, B. Sustarsic, G. Jutrisa, J. Mater. Process. Technol. 178 (2006) 328.
- [6] J. DORLOT,J.BAILON,J.MASSONAVE , *Des matériaux* ;2eme Ed,DUNOD,1986
- [7] M. KRAUB, B. SCHOLTES , *Thermal Fatigue of Shot Peened on Hard Turned Hot-Work steel AISI H11*;324-330; 2002042.
- [8] H. Coldwell, R. Woods, M. Paul, P. Koshy, R. Dewes, D. Aspinwall, J. Mater. Process. Technol. 135 (2003) 301.
- [9] Rodriguez, D. Martinez, A. Perez, R. Gonzalez, E. Rodriguez, S. Valtierra, *Wear*, 263 (2007) 301.
- [10] N. Mebarki, D. Delagnes, P. Lamesle, F. Delmas, C. Levailant, Mater. Sci. Eng. A387-389 (2004) 171.
- [11] A. Bahrami, S. H. Mousavi Anijdan, M. A. Golozar, M. Shamanian, N. Varahram, *Wear*, 258 (2005) 846.
- [12] Y. C. Lin, S. W. Wang, T. M. Chen, J. Mater. Process. Technol. 120 (2002) 126.
- [13] L. Schmidt, 'Tool Materials for Molds and Dies', 1987, Colorado School of Mines Press, 118.
- [14] J. R. T. Branco, '*Development of Nb Modified AISI H13/H11 Type Tool steels*', Ph.D. thesis 1989 Colorado School of Mines
- [15] S. Mayer, C. Scheu, H. Leitner, I. Siller, H. Clemens, Int. J. Mater. Res. 100 (2009) 86.
- [16] M. L. Schmidt, *ibid.* 118-64.
- [17] P. MICHAUD, *Compréhension du rôle des éléments carburigènes dans la performance de nuances d'aciers destinées aux outillages pour l'injection d'alliages légers*, aciers spéciaux N°35,1986.
- [18] R. LÉVÊQUE , technique de l'ingénieur ; *Traitements thermiques dans la masse des aciers à outils*.M1134.
- [19] A.Constant, G.Henry et J.C.Chrbonnier ,*Principes de base des traitements thermiques, thermomécaniques, et thermochimiques des aciers*;Edition 1992.
- [20] K.-D. FUCHS, *influence of heat treatment parameters on the properties of common hot-work tool steels*, Materials Park, OH: ASM International; 1997.
- [21] L. A. Dobrzanski, J. Mazurkiewicz, E. Hajduczek, J. Madejski, J. Mater. Process. Technol. 113 (2001) 527.
- [22] D. Klobcar, J. Tusek, B. Taljat, Thermal Science and Engineering A 472 (2008) 198.
- [23] J.Sjostrom, J. Bergstrom,' *thermal fatigue testing of chromium martensitic hot-work tool steel after different austenitizing treatments*', Materials Processing Technology.153-154 (2004) 109-1096.
- [24] O. Barrau, C. Boher, R. Gras, F. Rezai-Aria: '*Analysis of the friction and wear behaviour of hot work tool steel for forging*'. *Wear* 255 (2003) .1444-1454.
- [28] E.J MITTEMEIJER , J.T SLYCKE:' *Chemical potentials and activities of nitrogen and carbon imposed by gaseous nitriding and carburizing atmospheres*', Surf. Eng., 12(2), 1996.
- [26] J.R. DAVIS: '*Surface Hardening of Steels- Understanding the Basics*'; ASM

- International, 2002.
- [27] M.M.BCHAUPINIL, L.SERAPLIR, R.TRIWT: '*Analogies et différence entre les traitements de carbonitruration et de cémentation*', *Aciers spéciaux* №13, 1975.
- [28] R. Lévêque: *Traitement superficiels des aciers à outils*, *Techniques de l'Ingénieur*, 1993, M1135, Paris, France.
- [29] H. HERN, H. FR. HINZ and I. M. HUCKLENBROICH: '*Progress in tool steel*', *Proceeding of the 4<sup>th</sup> international Conference on tooling*, 1996, University Bochum.
- [30] V.YAKUB, A.TIJANI: '*Modeling and Simulation of Thermochemical Heat Treatment Processes: A Phase Field Calculation of Nitriding in Steel*', PHD thesis, university of Bremen 06/2008
- [31] D.GHIGLIONE, C.LEROUX: '*Pratique des traitements thermochimiques, cémentation, carbonitruration*'; *Technique de l'ingénieur* M1226, page 2-20.
- [32] X. An, J. Cawley, W.M. Rainforth and L. Chen: *Spectrochimica Acta-Part B*, 2003, 58, 689-698.
- [33] G. KRAUSS, *Microstructure and properties of carburized steel*, In: *Metals handbook. Heat treating*, vol. 4. Materials Park, OH: ASM International; 1991. p. 363–75.
- [34] G. PARRISH: '*Carburizing: microstructures and properties*', Materials Park, OH: ASM International; 1999.
- [35] J.L. PACHECO, G. KRAUSS: '*Microstructure and high bending fatigue strength in carburized steel. Carburizing: processing and performance*', In: *Proceedings of the international conference*; Lakewood, Colorado, USA, 12–14 July 1989. p. 227–37.
- [36] B.E.CORNELISSEN, D.K.MATLOCK, G.KRAUSS: '*Bending fatigue performance of gas- and plasma- carburized steels*', SAE Technical Paper Series No. 1999-01-0602, Detroit; Michigan, 1999.
- [37] J.P.PEYRE, TOURNIER: '*Choix des traitements thermiques superficiels*', RPM CETIM Senlis (1985).
- [38] Y. UEDA, N. KANAYAMA, K. ICHII, T. OISHI, *Surface and Coatings Technology*; 193, 2005, p50.
- [39] K. Olga, Rowan and Richard D, Jr. Sisson, *Effect of Alloy Composition on Carburizing Performance of Steel*, *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, JPEDAV, ASM International, 2009.
- [40] J. BLOUET, R. GRAS: '*Traitement et revêtement de surface pour application tribologique*', P34. CETIM .1994
- [41] G. Krauss: '*Microstructure, Residual Stress, and Fatigue of Carburized Steels*', *Proceedings: Quenching, and Carburizing*, 1991, The Institute of Materials, Melbourne, 205-225.
- [42] T. Christiansen and M.A.J. Somers: *Revue de Matérialographie* Struers, 2006, 9, 1-17.
- [43] A. ESFAHANI, M.H. SOHI, J. RASSIZADEHGHANI, AND F.MAHBOUBI, '*Effect of treating atmosphere in plasma post-oxidation of nitrocarburized AISI 5115 steel*'; *Vacuum*, 82:346–351, 2007.
- [44] F. BORGIOLO, E. GALVANETTO, A. FOSSATI, T. BACCI: '*Glow-discharge nitriding and post-oxidising treatments of AISI H11 steel*', *surf.coat.tech* 162(2002) 61-66.
- [45] P. PSYLLAKI, K. PAPANIMITRIOU: '*Failure Modes of Liquid Nitrocarburized and Heat treated Tool Steel under Monotonic Loading Conditions*', *JFAPBC* (2006) 6:13-18.
- [46] M.GODET, L.VINCENT: '*Propriétés tribologiques – Frottement – Usure*', *Pratique des Matériaux Industriels*; Chapitre 2.2.4, 1990

- [47] A.VERLEENE , L.DUBAR, P. RAVASSARD et J. OUDIN , *méthodologie d'étude de la dégradation des outillages de frappes à froid* ; p 4, matériaux et technique N° 1.2, 1999.
- [48] H.HOUMID BENNANI, *Contribution à l'étude de l'adhérence et des caractéristiques mécaniques et tribologiques de quelques couches minces dures* ; U.F.R. des Sciences et Technologies de l'université de Franche Comté, 1998.
- [49] G. E. Totten, K. Funatani and L. Xie: '*Handbook of Metallurgical Process Design*'; 2004, Chap. 13, pp.507-544.
- [50] K.H. LEE, K.S. NAM, P.W. SHIN, D.Y. LEE, AND Y. SONG, '*Effect of post-oxidizing time on corrosion properties of plasma nitrocarburized AISI 1020 steel*'; Mater Lett, 57:2060–2065, 2003.
- [51] V.F. da Silva, L.F. Canale, D. Spinelli, W.W. Bose-Filho, and O.R. Crnkovic ; *Influence of Retained Austenite on Short Fatigue Crack Growth and Wear Resistance of Case Carburized Steel*; Materials Engineering and Performance; JMEPEG (1999) 8:543-548.
- [52] D. Jeddi, H. Sidhom, D. Ghiglione, and H. Lieurade, '*Role of the Cyclic Stability of Retained Austenite in Fatigue Performance of Carburized 14NiCr11 Steel*', Materials Engineering and Performance, Volume 14(1), JMEPEG (2005) 14:37-49.
- [53] O. Salas, K. Kearns, S. Carrera and J. J. Moore: *Surf. Coat. Technol.*, 2003, 172(2-3), 117-127.
- [54] I. M. Hutchings: *Friction and Wear of Engineering Materials Tribology*, 1998, London. Publication E. Arnold, p. 158.
- [55] G.CHASSIN, G.HILLGE: '*Métallurgie*', Tome II, Ed DUNOD.1995.
- [56] M.J.SCHMUCK; *Propriétés comparées des surfaces des pièces cémentées et carbonitrurées*, aciers spéciaux N°33.1976.
- [57] D.H. HERRING: '*Comparing carbonitriding and nitrocarburizing*'; Heat Treating Progress, April/May 2002
- [58] M.CARTIER, M.ARMBRUSTRE: '*Guide d'emploi des traitements de surfaces appliqués aux problèmes de frottement*', Edition TEC et DOC.2000, page 187-195.
- [59] ASM Handbook, Vol.4, Heat Treating: ASM International, Materials Park, Ohio, 1991.
- [60] S. Sienz, S. Mändl and B. Rauschenbach: *Surf. Coat. Technol.*, 2002, 156, 185- .
- [61] C. Kanchanomai, W Limtrakarn, '*effect of residual stress on fatigue failure of carbonitrided low-carbon steel*', Materials Engineering and Performance, volume 17(6), JMEPEG 52008° 17/879-887.
- [62] Y. Desalos: *Revue traitement thermique*, 1998, N° 315, 35-40.
- [63] R. Davies and C.G. Smith: *A practical study of the carbonitriding process*, *Mat. Prog.* 1978, 114(4), 40-53
- [64] I. M. Hutchings: *Friction and Wear of Engineering Materials Tribology*, 1998, London. Publication E. Arnold, p. 158.
- [65] M. L. Fares, M. Z. Touhami, M. Belaid and H. Bruyas: *Surf. Interface Anal.*, 2009, 41, 179–186.
- [66] M.BONIADRI, F. D'ERRICO, C.TAGLIABUE: '*Ilfluence of carburizing and nitriding on failure of gears- a case stady*', Eng.fail.Anal. 2006.
- [67] XH.Fun,L.He,QD.Zhan, *proceeding of the international conference on wear of materials*,Vol 1, Denver,CO, 1989.
- [68] DH.Breem, SAE Technical paper, 841083 in SP-584, 1984.
- [69] Z.Dong, FX.Wang, MX.Zheng, *Wear*, 1985, 105:233.
- [70] M.Boniardi, F.D'errico, '*influence of carburizing and nitriding on failure of gear*', A case stady, Eng.Fail.anal,2006.

- [71] C. FRANZ, G. BESSERDICH, V. SCHULZE, H. MUELLER, D. LOEHE, *Influence of transformation plasticity on residual stresses and distortions due to the heat treatment of steels with different carbon contents*; J. Phys. IV, 120:481–488, 2004.
- [72] M. SLOVACEK, *Application of numerical simulation of heat treatment in industry*; J. Phys. IV, 120:753–760, 2004.
- [73] R.M. MUÑOZ RIOFANO, L.C. CASTELETTI, P. NASCENTE, *Effect of Ion Nitriding on the Abrasive Wear Resistance of Ultrahigh-Strength Steels with Different Silicon Contents*; JMEPEG (2005) 14:75-84.
- [74] M. HERNANDEZ, M.H. STAIA, E.S. PUCHI-CABRERA, *Evaluation of microstructure and mechanical properties of nitrided steels*; Surf. Coat. Technol., 202:1935–1943, 2008.
- [75] S.BÖHMER, H.SPIES, J.BERG, *Oxygen probes for controlling nitriding and nitrocarburising atmospheres*; Surface Engineering, vol 10, no 2, p. 129 à 135 (1994).
- [76] R.HOFFMANN, K.WEISSOHN, *Le rôle des sondes à oxygène dans la nitruration et la nitrocarburisation*; Trait. Therm., no 267 (1993).
- [77] SOKOLOWSKA A, BEER B, MALDZNSKI L, TACIKOWSKI J, BASZKIEWICZ J, *surf.coat. tech.* 142-144 (2001) 1040-1045.
- [78] L. Barrallier, J. Banallis et L. Castex, *Caractéristiques mécaniques des couches nitrurées. Cas des pièces en aciers*, p 49. Revue traitement thermique N°276. 1994.
- [79] Source Book on Nitriding. ASM, Metals Park, OH, 1997.
- [80] HAYDAR POLAT, *comparisons of different methods used for improving life of hot forging dies*; university of çukurova 2006.
- [81] G. Castro, A. Fernandez-Vicente, J. Cidb: *'Influence of the nitriding time in the wear behaviour of an AISI H13 steel during a crankshaft forging process'*, Wear. 263. 2007. 1375–1385.
- [82] CZERWIECT, RENEVIER N, MICHEL H, *surf. Coat. Tech*; 131 (2000) 267-276.
- [83] J. MUSIL, J. VLÍČEK, M. RŮŽICKA. *Recent progress in plasma nitriding*. Vacuum, 59:940–951, 2000.
- [84] VON YAKUB ADESOGA TIJANI, *Modeling and Simulation of Thermochemical Heat Treatment Processes: A Phase Field Calculation of Nitriding in Steel*, university of Bremen 06/2008.
- [85] R. RAMESH AND R. GNANAMOORTHY. *Fretting wear behavior of liquid nitrided structural steel, En24 and bearing steel, En31*. J. Mat. Proce. Tech, 171:61–67, 2006.
- [86] F.T. HOFFMANN, U. Kreft, T. Hirsch, and P. Mayr. *In-situ measurement of residual stresses during the nitriding process*. Heat Treatment of Metals, 3:57–60, 1996.
- [87] M.A.J SOMERS, *Modeling nitriding of iron: From thermodynamics to residual stress*; J. Phys. IV, 120, 2004.
- [88] J.R. DAVIS, *Surface Hardening of Steels- Understanding the Basics*; ASM International, 2002.
- [89] T. BELL. *Ferritic nitrocarburizing*. Heat Treatment Metals, 2:39–49, 1975.
- [90] E. HARUMAN, T. BELL, Y. SUN, *Compound layer characteristics resulting from plasma nitrocarburizing in atmospheres containing carbon dioxide gas addition*; Surf. Eng., 8(4):275–282, 1992.
- [91] H.J. HOWES, P. PISTORIUS, *Plasma ferritic nitrocarburizing of carbon and low alloy 0.4% C steels in N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> atmospheres with CO<sub>2</sub> gas addition*; Surf. Eng, 15(6):476–482, 1999.
- [92] J. Slycke and L. Sproge: *Surface Engineering*, 1989, 5(2), 125-140
- [93] E. Haruman, T. Bell and Y. Sun: *Surface Engineering*, 1992, 8(2), 275-282.

- [94] A.J.SOMERS,J.METTEMEIJER, *formation de la couche de combinaisons de carbonitrures de fer lors d'une nitrocarburation gazeuse ou en bai de sel* ;revue de traitements thermique N° 270.1997.
- [95] K. GENELE, M. DEMIRKOL, AND T. GUMEZ, *Corrosion fatigue behavior of ion nitrided AISI 4140 steel*;Mat. Scien. Eng., pages 91–100, 2000.
- [96] L. Torchane, P. Bilger, J. Dulcy and M. Gantois: *Metall. Mater. Trans.*, 1996, A27, 1823-1834.
- [97] D. Pye: “*Practical nitriding and Ferritic nitrocarburing*”, 2003, ASM International, Material Park:Ohio, Chap.19, p. 201-218.
- [98] S. KARAOĞLU, Structural characterization and wear behavior of plasmanitrided AISI 5140 low-alloy steel;Mat.Charact, 49:349– 357, 2003.
- [99] T. BELL, *Gaseous and Plasma Nitrocarburing*; volume 4. ASM International, Materials Park, Ohio, 1997. ASM Handbook.
- [100] T. BELL, Y. SUN, AND A. SUHADI, *Environmental and technical aspects of plasma nitrocarburing*; Vacuum, 59:14–23, 2000.
- [101] A. ESFAHANI, M.H. SOHI, J. RASSIZADEHGHANI, AND F.MAHBOUBI, *Effect of treating atmosphere in plasma post-oxidation of nitrocarbured AISI 5115 steel*; Vacuum, 82:346–351, 2007.
- [102] I. M. Hutchings: *Friction and Wear of Engineering Materials Tribology*, 1998, London. Publication E. Arnold, p. 158.
- [103] M.B. Karamis and E. Gerçekcioglu: *Wear*, 2000, 243, 76-84.
- [104] P. PSYLLAKI, K. PAPADIMITRIOU: '*Failure Modes of Liquid Nitrocarbured and Heat treated Tool Steel under Monotonic Loading Conditions*', JFAPBC (2006) 6:13-18.
- [105] N. Krishnaraj, P. Bala Srinivasan, K.J.L. Iyer and S. Sundaresan: *Wear*, 1998, 215, 123-130.
- [106] M. B. Karamis: *Wear*, 1991, 150, 331-342.
- [107] L. Barralier: *Genèse des Contraintes résiduelles de Nitruration*, Thèse de Doctorat, 1992, ENSAM Paris, France
- [108] Uma DEVI: '*Damage Mechanisms in Salt Bath Nitro-carburised and Plasma Nitrided Hot Forging Dies of H11 Tool Steel*', ISIJ international, vol.42. 2002. No.5.
- [109] G. TEXIER, thèse de doctorat: '*Elaborations et caractérisations micro et nanostructurales d'alliages à base de titane à destination biomédicale*'. P52 .2008.
- [110] A. Guinier: '*Théorie et technique de la radiocristallographie*', 1956, Paris, Ed. Dunod
- [111] M. Chambon: '*La qualité des surfaces usinées*',1982, Paris, Ed.Dunod.
- [112] L. Yikuan: *Heat Treat. Met.*, 1990, 2, 51-56.
- [113] M.Bonek, L. A.Dobrzanski, E. Hajduczek and A. Klimpel: *J. Mater. Process. Technol.*, 2006, 175, 45-54.
- [114] L. A.Dobrzanski, J.Mazurkiewicz, E. Hajduczek and J. Madejski: *J. Mater. Process. Technol.*, 2001, 113, 527-536.
- [115] D. Delagnes, P. Lamesle, M. H. Mathon, N. Mebarki and C. Levaillant: *Mater Sci. Eng., A.*, 2005, 394, 435-444.
- [116] O. Aisi, A. C.Can, J. Pineault and M. Belassel: *Surf. Coat. Technol.*, 2007, 201, 5979-5987.
- [117] ASTM E 975 – 84: '*Standard Practice for X-ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation*', ASTM, 1989.
- [118] L. Schmidt: '*Tool Materials for Molds and Dies*', 1987, Colorado School of Mines Press, 118–164.
- [119] J. R. T. Branco: '*Development of Nb Modified AISI H13/H11 Type Tool steels*', Ph.D. thesis, Colorado School of Mines, 1989.

- [120] G. Parrish: '*Carburizing: Microstructures and Properties*', ASM International, Metals Park, OH: 1999.
- [121] M.K.Killer, A.Cerezo, M. G. Hetherington, G.D.W. Smith: '*Atom Probe Fields Ion Microsc*', Clarendon Press, Oxford, 1996.
- [122] D. DELAGNES: '*Comportement et tenue en fatigue isotherme d'aciers à outil Z38CDV5 autour de la transition oligocyclique-endurance*', PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, 1998.
- [123] N. Mebarki: '*Relation microstructure propriétés mécaniques d'aciers martensitiques revenus destinés aux outillages de mise en forme d'alliages légers*', PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, 2003.
- [124] S. Mohan, V. Prakash and J. P. Pathak: *Wear*, 2002, 252, (1-2), 16-25.
- [125] C.Kanchanomai ,W.Limtrakarn, *effect of residual stress on fatigue failure of carbonitrided low-carbon steel* , *Materials Engineering and Performance; JMEPEG*(2008) 17:879-887.
- [126] G. Krauss, *Microstructure, Residual Stress, and Fatigue of Carburized Steels, Proceedings: Quenching, and Carburizing*, 1991, Melbourne, The Institute of Materials, 205-225.
- [127] H. C. Child, *Surface Hardening of steel*, Engineering Design Guides; 1980, London, Oxford University Press, N°37.