REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA



Faculté de **T**echnologie

Mémoire de fin d'études de Master

Filière : Génie des procédés
Spécialité : Génie des procédés des matériaux

Évolution de la dureté et la tenue à la corrosion d'acier suite à une trempe thermochimique

---

Présenté par

Sadi Soumia

Hamdadou Messaouda

Proposé et Dirigé par

Dr. Rekaik Mouna

Promotion 2021

Remerciements

Nous remercions tout d'abord, ALLAH de nous avoir donné la santé pour terminer ce travail.

Nous remercions vivement notre promotrice Dr. Rekaik Mouna qui nous a extrêmement aidé et encouragé tout au long de ce travail.

Nous remercions aussi tous les enseignants qui nous ont guidés tout au long de notre vie universitaire.

A tous nos collègues et amies qui nous ont soutenu et encouragé pour terminer ce travail et à touts la promotion

2020-2021

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail à :

À mes Chers frères

À mes chères sœurs

À la famille Hamdadou

A nos enseignants de l'école

Primaire jusqu'à l'université

À toutes nos cher(e)s ami(e)s

À tous ceux qui nous sont chers.

MESSAOUDA

DEDICACES

Je dédie ce travail à tous les membres de ma famille, surtout

à mes parents, et mes frères

à mes sœurs et toutes mes amies

Je tiens à remercier Rekaik Mouna de sa disponibilité ses

conseils et sa passion

A tous ceux qui ont en ce projet et m'ont encouragé tout au

long de cette démarche

SOUMIA

ملخص:

المعالجة الكيميائية الحرارية هي معالجة حرارية يتم إجراؤها في وسط يتم اختياره بشكل مناسب للحصول على تعديل في التركيب الكيميائي للمعدن الأساسي ، عن طريق التبادل مع هذا الوسيط. هناك أنواع عديدة من المعالجات الكيميائية الحرارية التي تهدف إلى تحسين مقاومة الأجزاء للتعب ، والتآكل ، والاحتكاك ، والقبض ، والتآكل ، وما إلى ذلك ، وسنقتصر على وصف بعض المعالجات ، وهي الكربنة بالكربون ، والنيترة ، والنيتروكربنة ، والكربونيترة.

الهدف من هذا العمل هو تقييم صلابة ومعدل التآكل لعينات من سبائك الصلب قبل وبعد التبريد الحراري الكيميائي. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن صلابة المادة المعالجة تزداد (137.50 HV) مقارنة بالمادة غير المعالجة (49.75 HV) بدون تعديل المصفوفة المعدنية المارتنسيتية وأيضاً هناك تحسن في مقاومة التآكل من خلال تقليل معدل تآكله من الفولاذ المعالج ($52.68.10^{-6}$ m/an) مقارنة بالفولاذ غير المعالج ($86.83.10^{-6}$ m/an). إن تطور هذه الخصائص هو النتيجة المباشرة لتعديل هيكلي سوف نحدده كميا من حيث العدد والكمية النسبية للمكونات الهيكلية لهذا الفولاذ.

الكلمات الرئيسية: *فولاذ ; العلاج الكيميائي ; تصلب ; صلابة فيكرز ; المجهر الضوئي; تآكل.*

Résumé :

Un traitement thermochimique est un traitement thermique effectué dans un milieu convenablement choisi pour obtenir une modification de la composition chimique du métal de base, par échange avec ce milieu. Il existe de nombreux types de traitements thermochimiques ayant pour but d'améliorer la résistance des pièces à la fatigue, à l'usure, au frottement, au grippage, à la corrosion…etc, on se limitera à décrire quelques traitements à savoir la cémentation par le carbone, la nitruration, la nitrocarburation et la carbonitruration.

Le but de ce travail est d'évaluer la dureté et la vitesse de corrosion d'échantillons d'un acier allié avant et après trempe thermochimique. Les résultats obtenus montrent que la dureté du matériau traité augmente (137.50 HV) par rapport le matériau non traité (49.75 HV) sans modification de la matrice métallique martensitique et aussi il y a une amélioration de la tenue à la corrosion par la diminution de sa vitesse de corrosion de l'acier traité ($52.68.10^{-6}$ m/an) par comparaison à l'acier non traité ($86.83.10^{-6}$ m/an). L'évolution de ces propriétés est la conséquence directe d'une modification structurale que nous quantification en termes de nombre et quantité relative des composants structuraux de cet acier.

Mots clés : *Acier ; Traitement thermochimique ; Trempe ; Dureté de Vickers ; Microscopie optique ; corrosion.*

Abstract:

A thermochemical treatment is a heat treatment carried out in a suitably selected medium to obtain a modification of the chemical composition of the base metal, by exchange with this medium. There exist many types of thermochemical treatments having for goal to improve resistance of the parts to tiredness, wear, friction, seizing, corrosion… etc, one will be limited to describe some treatments knowing the carburizing, nitriding, the nitrocarburation and carbonitriding.

The objective of this work is to evaluate the hardness and the speed of corrosion of samples of a steel alloy before and after thermochemical hardening. The results obtained show that the hardness of the treated material increases (137.50 HV) compared to the untreated material (49.75 HV) without modification of the martensitic metal matrix and also there is an improvement in the resistance to corrosion by reducing its corrosion rate of treated steel ($52.68.10^{-6}$ m /year) compared to untreated steel ($86.83.10^{-6}$ m /year). The evolution of these properties is the direct consequence of a structural modification that us quantification in terms of number and relative quantity of the structural components of this steel.

Keywords: *Steel; Thermochemical treatment; Hardening; Vickers hardness; Optical microscopy; corrosion.*

Sommaire

Remerciements ..... /
Dédicaces ..... /
Dédicaces ..... /
Résumé ..... /
Sommaire ..... /
Liste des figures ..... /
Liste des tableaux ..... /
Liste des abréviations ..... /
Introduction générale 2

Partie théorique

Chapitre I : Les aciers

I.1 Introduction 5
I.2 Diagramme d'équilibre Fer-Carbone 5
I.3 Les constituants et les phases de l'acier 7
I.3.1 Le Fer 7
I.3.2 Le carbone 8
I.3.3 La ferrite 8
I.3.4 L'austénite 9
I.3.5 La cémentite (ou carbure de fer) 10
I.3.6 Le graphite 10
I.3.7 La perlite 10
I.3.8 Ferrite+ perlite 11
I.3.9 La martensite 12
I.3.10 La bainite 12
I.3.11 La troostite 13
I.3.12 La sorbite 13
I.4 Constituants des aciers 14
I.5 Structure des aciers 15

I.6 Facteurs influençant sur la structure 19
I.7 Traitements thermiques des aciers 20

Chapitre II : Traitement thermique est thermochimique de l'acier

II.1 Introduction 24
II.2 Traitement thermique 24
II.2.1 Introduction……24
II.2.2 Définition 25
II.2.3 Principes, Buts et rôle des traitements thermique 25
II.2.4 Origines et bases des traitements thermiques 26
II.2.5 Les traitements thermiques des aciers 27
II.2.5.1 Buts des traitements thermiques des aciers 28
II.2.6 Grandes classes de traitements thermiques de l'acier 28
II.2.6.1 La trempe 28
II.2.6.2 Revenu 29
II.2.6.3 Recuit 29
II.2.7 Coûts des traitements thermiques……31
II.2.8 Les inconvénients du traitement thermique ……31
II.2.8.1 Les tapures 31
II.2.8.2 Déformation et gauchissement 32
II.3 Traitements thermochimiques 32
II.3.1 Définition 32
II.3.2 Types des traitements thermochimiques 32
II.3.2.1 Cémentation 32
II.3.2.2 Nitruration 34
II.3.2.3 La nitrocarburation 36
II.3.2.4 Carbonitruration 36
II.3.2.5 La chromisation 36
II.3.2.6 La boruration 37
II.3.2.7 La siliciuration 37
II.3.2.8 Sulfinisation 37

II.3.2.9 Sulfonitruration 37
II.3.2.10 La cyanuration 37

Chapitre III: La corrosion et l'essai mécanique

Partie A : La corrosion 40
III.1 Introduction 40
III.2 Généralités sur le phénomène de corrosion 40
III.2.1 Définition de la corrosion 40
III.2.2 Importance de la corrosion 41
III.2.3 Cause de la corrosion 41
III.3 Différentes modes de corrosion 42
III.3.1 Corrosion chimique 42
III.3.2 Corrosion bactérienne 42
III.3.3 Corrosion électrochimique 43
III.4 Les formes de corrosion 43
III.4.1 La corrosion uniforme 44
III.4.2 La corrosion localisée (zonale) 44
III.4.2.1 La corrosion par piqûres 45
III.4.2.2 Corrosion caverneuse 46
III.4.2.3 Corrosion galvanique 46
III.4.2.4 Corrosion inter-granulaire 47
III.4.2.5 Corrosion sélective 47
III.4.2.6 Corrosion par érosion, abrasion, cavitation 48
III.4.2.7 Corrosion sous contraintes 49
III.5 Les facteurs de la corrosion 50
III.5.1 Facteurs du milieu corrosif 50
III.5.2 Facteurs métallurgiques 50
III.5.3 Facteurs définissant les conditions d'emploi 50
III.5.4 Facteurs dépendant du temps 50
III.6 Potentiel de corrosion (dissolution) 51
III.7 Les paramètres influençant sur la vitesse de corrosion 51
III.7.1 Effet de la température 51

III.7.2 Effet de l'acidité 51
III.7.3 Régime hydrodynamique 51
III.7.4 La salinité 52
Partie B : les essais mécaniques 52
III.8 Introduction 52
III.9 Intérêt des essais mécaniques 52
III.10 Essais de dureté 53
III.10.1 Type d'essai de dureté 53
III.10.2 Les différentes échelles de dureté 54

Chapitre IV: Matériaux est dispositifs expérimentaux

IV.1 But et objectif de travail 56
IV.2 Matériaux étudié 56
IV.3 Conditions générales d'expérimentation 57
IV.3.1 Choix de la température de trempe 57
IV.3.2 Choix de la durée du chauffage d'austénisation 58
IV.4 Milieu de traitement 59
IV.5 Evaluation de la dureté (Essai de dureté de Vickers) 59
IV.5.1 Principe de la dureté Vickers 59
IV.5.2 Mode opératoire 60
IV.6 Observation métallographique 61
IV.6.1 Mise en résine 61
IV.6.2 Polissage 61
IV.6.3 L'attaque chimique 62
IV.6.4 Préparation de milieu de traitement 62
IV.6.5 La trempe directe 62
IV.6.6 Microscopie optique 63
IV.7 Mesure de la vitesse de corrosion……..……..63
IV.7.1 Échantillonnage et état de surface……63
IV.7.2 Milieu électrolytique 64
IV.7.3 Essais électrochimiques 64

IV.7.3.1 Tracé des courbes de polarisation i = f (E) 65
IV.7.3.2 La méthode de Tafel 65
IV.8 Analyse et traitement des résultats expérimentaux……...66

Chapitre V: Résultats et discutions

V.1 Introduction 68
V.2 Échantillon non traité 68
V.2.1 Mesure de la dureté 68
V.2.2 Observation métallographique……68
V.3 Échantillons traités……70
V.3.1 Mesure de la dureté 70
V.3.2 Observation métallographique 71
V.4 La variation de la dureté HV = F(t°, D)……72
V.4.1 Modèle mathématique……72
V.4.2 Matrice de corrélations……73
V.5 Essai électrochimique..... 74
Conclusion générale 80
Perspectives..... 81
Références bibliographiques 83

Liste des figures

Figure I.1 : Diagramme de phase fer-carbone, permettant de visualiser les conditions d'existence des formes d'acier…….……6

Figure I.2 : Photomicrographie de la structure de ferrite …….9

Figure I.3 : Micrographie représentante de l'austénite……..9

Figure I.4 : Micrographie représentante de la cémentite (ou carbure de fer)……10

Figure I.5 : Microstructure de la perlite……...11

Figure I.6 : Microstructure de la ferrite + perlite ……....11

Figure I.7 : Microstructure de la martensite…….12

Figure I.8 : Microstructure de la bainite ……13

Figure I.9 : Microstructure de la troostite……....13

Figure I. 10 : Microstructure de la sorbite……...…14

Figure I.11 : Domaines d'existence des différents constituants de l'acier…….15

Figure I.12 : Diagramme TTT d'un acier……....18

Figure I.13 : La variation de dureté de l'acier trempé en fonction de la teneur en carbone …21

Figure II.1 : Mode opératoire d'un traitement thermique……25

Figure II.2 : Représente la vitesse de refroidissement doit être inférieure à la vitesse critique de recuit ……30

Figure III.1 : Schéma traduisant la cause de la corrosion atmosphérique du fer……42

Figure III.2 : Mécanisme de la corrosion atmosphérique : exemple de la corrosion d'un collecteur d'échappement……..…42

Figure III.3 : Exemple de bactéries responsable de la corrosion bactérienne et corrosion dentaire ……43

Figure III.4 : Distribution des formes de corrosion pour les aciers inoxydables dans divers secteur industriels …….44

Figure III.5 : la corrosion par piqûre……..……45

Figure III.6 : l'étape d'amorçage.....…..45

Figure III.7 : l'étape de propagation …….……46

Figure III.8 : Aspect et mécanisme d'attaque de la corrosion caverneuse……46

Liste des figures

Figure III.9 : corrosion galvanique .....…..47

Figure III.10 : Corrosion au niveau des joints de grains d'une structure métallique…..……47

Figure III.11 : Mécanisme de la corrosion sélective d'un laiton (alliage cuivre-zinc)…...….48

Figure III.12 : Corrosion-érosion d'un tube en cuivre véhiculant de l'eau……..…48

Figure III.13 : Corrosion cavitation d'une aube de pompe en alliage de nickel Hastelloy C276 en milieu acide chlorhydrique……..…… .49

Figure III.14 : La corrosion sous contrainte ……49

Figure III.15 : Définition des différents domaines de dureté…….…….53

Figure IV.1 : Représentation du domaine de température de l'austénisation.....58

Figure IV.2 : Principe de la dureté Vickers…….60

Figure IV.3 : Dispositif de mesure la dureté de Vickers.....61

Figure IV.4 : Polisseuse STRUERS-Labo Pol 5……62

Figure IV.5 : Microscope métallographique……63

Figure IV.6 : Le dispositif utilisé lors des essais électrochimiques…….....64

Figure IV.7 : Photographie de l'électrode de travail……...65

Figure V.1 : Structure métallographique initiale de l'acier étudié (×150)……...69

Figure V.2 : Microstructure (de référence) de l'acier 0.28 % C + 0.25 % Cr + 1 % Mo…….70

Figure V.3 : Microstructure du matériau étudié après trempe dans l'huile '' moteur'' (usagée et prétraitée) à t° = 860 °C ; D = 10 min (× 150).....72

Figure V.4 : Représentation graphique de la variation de la dureté HV = 2.975 + 0.147 t^0 + 0.5 D en fonction de la température et durée de maintien……..73

Figure V.5 : Évolution du potentiel électrochimique de l'acier traité et non traité……..74

Figure V.6 : Courbe de polarisation i = f(E) de l'acier traité et non traité.....75

Figure V.7 : Les droites de Tafel de l'acier non traité.....76

Figure V.8 : Les droites de Tafel de l'acier traité.....76

Liste des tableaux

Tableau III.1: Classification de la tenue en corrosion en fonction du taux de corrosion……44

Tableau III.2: Comparaison entre les méthodes par pénétration……..…54

Tableau IV.1 : Conditions opératoires.....59

Tableau IV.2 : Composition minéralogique d'huile de vidange usagée 59

Tableau V.1 : Valeur de la dureté de Vickers pour l'échantillon non traité……..68

Tableau V.2 : Caractéristiques de l'acier non traité.....70

Tableau V.3 : Valeurs de la dureté de Vickers pour les échantillons traités.....71

Tableau V.4 : Matrice de corrélation……...73

Tableau V.5 : Évolution des propriétés de l'acier étudiée suite avant et après la trempe dans l'huile.....78

Liste des Abréviations

$BaCO_3$: carbonate de baryum.

°C: Dégrée Celsius.

C.C : Le réseau cubique centré.

C.F. C : Le réseau cubique à faces centrées.

Fe- Fe_3C : Fer-Cémentite.

HB : Dureté Brinell.

HV: Dureté Vickers

HK : Dureté Knoop.

HR : Dureté Rockwell.

H_2S: Sulfure.

Na_2CO_3: carbonate de sodium.

Pt : Platine.

R_E : Rapport de la force appliquée sur la surface indentée.

t_c : Temps de chauffage.

t_m: Temps de maintien.

t_r : Temps de refroidissement.

T_R : Température de recuit.

TTT : température, temps, transformation.

α : Ferrite.

γ:Austénite.

Introduction générale

Introduction générale

Tous les alliages métalliques, les aciers sont parmi ceux les plus couramment employés dans les applications industrielles. La grande diversité de leurs nuances et la possibilité de réaliser les traitements thermomécaniques conditionnant les propriétés mécaniques de ces aciers permettent de couvrir une gamme d'applications extrêmement large. Leurs propriétés mécaniques sont étroitement liées à la microstructure de l'alliage, donc à sa composition et aux traitements thermiques appliqués. Enfin, leurs faibles coûts présentent un grand intérêt pour leurs utilisations.

Les éléments d'alliages, entrant en solution solide interstitielle ou substitutionnelle, jouent un rôle prépondérant dans les différentes transformations de phases des aciers. L'étude de leur rôle, de leur influence et des conditions dans lesquelles elles surviennent constitue donc une étape incontournable dans la compréhension des différentes propriétés d'un alliage. Ces éléments influent sur les différentes propriétés en modifiant les transformations, leur cinétique, et par conséquent, les microstructures obtenues **[1]**.

La corrosion résulte d'une action chimique ou électrochimique d'un environnement sur les métaux et les alliages. Les conséquences sont importantes dans divers domaines et en particulier dans l'industrie : arrêt de production, remplacement des pièces corrodées, accidents et risques de pollutions sont des événements fréquents avec parfois de lourdes incidences économiques.

L'objectif de ce travail est de déterminer :

- ✓ les conditions opératoires de traitement (température et durée de maintien) ;
- ✓ l'aptitude du bain de trempe choisi (huile ''moteur'' usagée et prétraitée) à etre utilisée en substitution de bains classiques de trempe.

Notre travail est divisé en cinque chapitres :

Le premier chapitre présente un rappel bibliographique sur le diagramme d'équilibre fer-carbone, sur les constituants, les phases et l'étude de la transformation de l'acier et leur structure et les facteurs influençant sur la structure.

Dans le chapitre II, nous présentons les traitements thermiques et thermochimiques de l'acier ainsi que grandes classes de ces traitements.

Dans le chapitre III, nous consacrons la présentation des généralités sur la corrosion, ses différentes formes, ses types et ses facteurs ainsi que les essais mécaniques.

Le quatrième chapitre sera consacré à la présentation du matériau d'étude, à la description des traitements appliqués et aux procédures expérimentales utilisées pour les caractérisations microstructurales et mécaniques. Les caractérisations des phases en termes de composition chimique et microstructures ont été effectuées principalement par microscope optique. Les propriétés mécaniques englobant la dureté est évaluées par le test standard de micro dureté.

Les résultats obtenus et leurs interprétations sont présentés dans le chapitre IV.

Enfin, une conclusion générale permettra de clore ce manuscrit en résumant les travaux de cette mémoire et souligne les perspectives envisagées.

Chapitre I

Les aciers

I.1 INTRODUCTION

L'acier est un alliage à base de fer additionné d'un faible pourcentage de carbone (de 0.008 % à 2.11 % en masse). La teneur en carbone a une influence considérable (et assez complexe) sur les propriétés de l'acier : au-dessous de 0.008 %, l'alliage est plutôt malléable et on parle de fer; au-delà de 2.11 %, les inclusions de carbone sous forme graphite fragilisent la microstructure et on parle de fonte.

Entre ces deux valeurs, l'augmentation de la teneur en carbone a tendance à améliorer la résistance mécanique et la dureté de l'alliage, on parle des aciers doux, mi doux, mi durs, durs ou extra durs (classification traditionnelle) **[2]**. On peut acquérir les aciers sous des formes et des propriétés très variées grâce à l'ajout des éléments d'addition et la diversité des traitements thermiques.

Outre ces diverses potentialités, et comparativement aux autres alliages métalliques, l'intérêt majeur des aciers réside d'une part dans le cumul de valeurs élevées dans les propriétés mécaniques fondamentales, résistance aux efforts (module d'élasticité, limite élastique, résistance mécanique), dureté et résistance aux chocs (résilience). D'autre part, leur coût d'élaboration reste relativement modéré, car le minerai de fer est abondant sur terre (environ 5 % de l'écorce). On peut néant moins leur reconnaître quelques inconvénients, notamment leur mauvaise résistance à la corrosion, mais à laquelle on peut remédier, soit par divers traitements de surface (peinture, brunissage, zingage, etc.), soit par l'addition d'éléments réalisant des nuances dites inoxydables. Par ailleurs, les aciers sont difficilement moulables, donc peu recommandés pour les pièces volumineuses de formes complexes (bâtis de machines) **[3]**.

I.2 DIAGRAMME D'ÉQUILIBRE FER-CARBONE

Le diagramme fer-carbone (figure I.1) décrit les différents états du mélange fer et carbone selon la proportion de fer et de carbone dans le mélange. Au-dessus de 2.11 % de carbone on parle de fontes, en dessous de cette concentration on parle d'acier. Ce diagramme permet de visualiser la forme d'acier que l'on a selon la température et la teneur en carbone.

Toutefois, ce diagramme n'est valable que pour des aciers non alliés, c'est-à-dire ne contenant que du fer et du carbone. Certains éléments d'alliage favorisent l'élargissement de la phase γ (éléments gamma gènes) et certains autres favorisent le cas inverse (éléments alpha gênes). Il existe deux diagrammes fer-carbone, car il existe du carbone à l'état libre (graphite), et du carbone en combinaison chimique (cémentite). Il y a donc un diagramme fer-graphite (dit diagramme stable) et un diagramme fer-cémentite (dit diagramme métastable) **[4]**.

La détermination des phases et des constituants d'un acier à une température donnée est fournie par la lecture du diagramme. La structure du fer pur dépend de la température :

En dessous de 721 °C et au-dessus de 1394 °C, le fer (fer α) a une structure cristalline cubique à face centrée (structure cristalline à température ambiante). Il ne dissout pratiquement pas le carbone, il est doux, très malléable **[5]**.

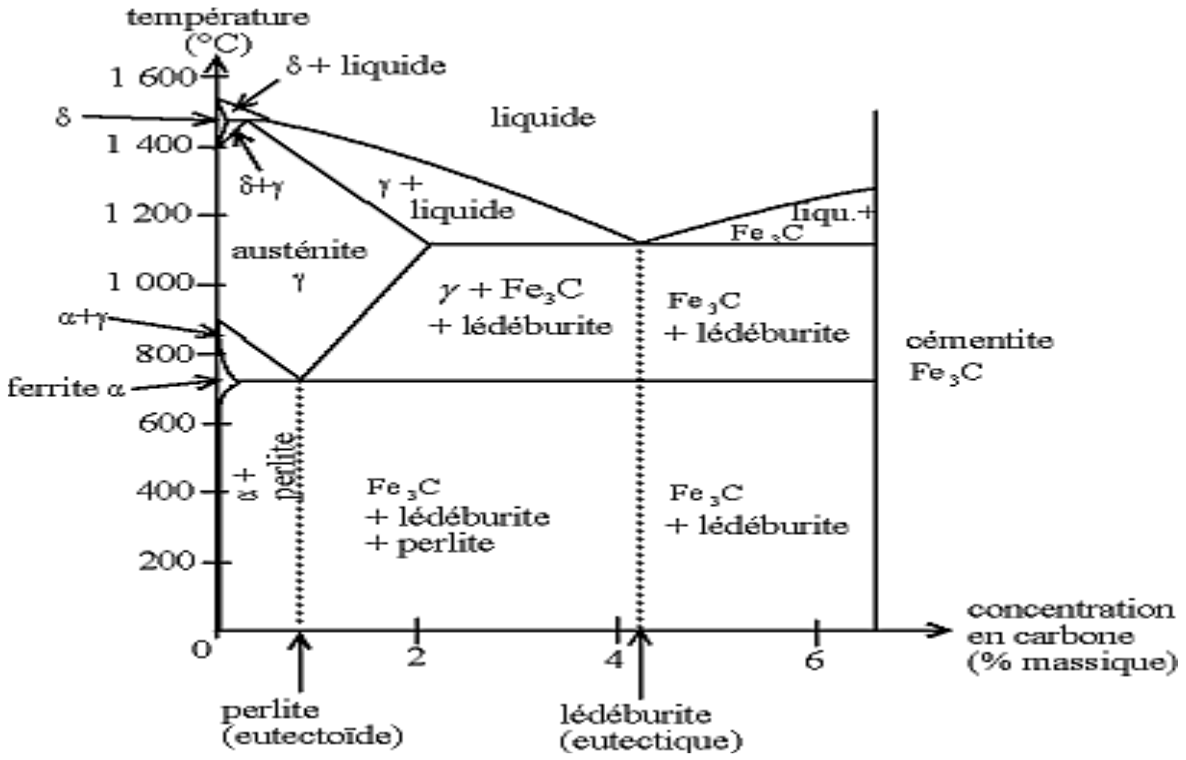


Figure I.1 : Diagramme de phase fer-carbone, permettant de visualiser les conditions d'existence des formes d'acier **[6]**.

Entre 723 °C et 910 °C jusqu'à 1394°C °C, le fer (fer γ) a une structure cristalline cubique à faces centrées. Il dissout facilement le carbone.

On distingue plusieurs types d'aciers selon le pourcentage de carbone qu'ils contiennent :

- Les aciers hypoeutectoïdes (de 0.008 à 0.8 % de carbone) qui sont les plus doux, ils sont composés de ferrite et de perlite ;
- Les aciers eutectoïde (0.8 % de carbone), ils sont composés de perlite (structure lamellaire) ;
- Les aciers hypereutectoïdes (de 0.8 à 2.11 % de carbone) qui sont les plus durs, ils sont composés de perlite et de cémentite.

On distingue les aciers selon leur structure cristallographique:

- Les aciers ferriques, qui ont une symétrie cristalline cubique centrée (fer α) ;

- ❖ Les Aciers austénitiques, qui ont une symétrie cristalline cubique à faces centrées (Fer γ ou austénite) ;
- ❖ Les aciers martensitiques, qui contiennent des aiguilles de carbures **[5]**.

I.3 LES CONSTITUANTS ET LES PHASES DE L'ACIER

I.3.1 Le Fer :

Le fer est le métal de base le plus important pour les alliages techniques. Il est relativement abondant dans l'écorce terrestre (4.7 % en masse) sous forme d'états combinés dans de nombreuses roches. Le fer pur n'est pas employé dans l'industrie, les plus employés sont les alliages de fer avec le carbone qui sont la fonte et l'acier.

Avec 99.9 % de fer, il est déjà pur, mais il contient toujours des trous de différents éléments. Le fer le plus pur qui peut s'obtenir actuellement contient 99.999 % de fer. Le fer est de couleur blanche possédant les caractéristiques suivantes :

- Masse atomique : 55.85.

- Nombre atomique : 26.

- Rayon atomique 1.27 Å (CFC).

- Masse volumique 7.8 g/cm^3.

- Température de fusion 1539 °C **[7]**.

Il possède une dureté HB de 60 kp/mm², une contrainte limite de traction d'environ 20 kp/mm² et une faible limite d'élasticité. C'est un bon conducteur de chaleur et d'électricité (une résistivité électrique à 20 °C de 9.76. 10^{-8} Ω. m). Grâce à sa grande perméabilité magnétique, il est très utilisé dans l'électrotechnique. Les propriétés magnétiques du fer dépendent dans une grande mesure de sa pureté et des régimes de traitement thermiques.

On cornait deux formes (variétés) allotropiques du fer (deux réseaux cristallins différents). Le fer α dont le réseau est cubique centré (C.C) et le fer γ dont le réseau est cubique à faces centrées (C.F.C). Le phénomène de la modification du réseau cristallin sous l'effet de la température porte le nom de transformation allotropique.

Le fer α, appelé aussi la ferrite, existe aux températures inférieures à 912 °C et supérieures à 1394 °C. Sa densité est de 7.68. Aux températures supérieures à 1394 °C, le fer α est désigné par Fe δ. Le fer α possède un réseau cubique centré (C.C) à distance réticulaire de 2.8606 Å, il est magnétique jusqu'à la température de 768 °C. Cette température est appelle point de curie, qui correspond la transformation magnétique **[7]**.

Le Fer γ ou l'austénite, existe entre 910 °C et 1394 °C, il est paramagnétique et il a un réseau cristallin cubique à faces centrées **[8]**. Dont l'équidistance vaut 3.6450 Å à 910 °C, et sa densité est supérieure celle du Fe α et vaut 8÷8.1 à g/cm^3 **[9]**.

I.3.2 Le carbone :

C'est un élément non métallique peut abondant, (0.1% en masse dans l'écorce terrestre). Il est rare à l'état libre, on le rencontre à l'état combiné dans toutes les substances végétales et animales comme dans le pétrole, le charbon, le bois, la houille, etc.

Ses caractéristiques sont les suivantes : Numéro atomique : 6, Masse atomique : 12, Rayon atomique : 0.77 Å, Masse volumique : 2.5 g/cm^3, Température de fusion : 3500 °C **[7]**.

C'est un élément polymorphe et il existe deux variétés cristallines dans les conditions ordinaires : le diamant et le graphite **[10]**. La variété du diamant est métastable à réseau cristallin cubique à faces centrées et il est classé comme le plus dur des corps solides, c'est aussi un isolant électrique. Le graphite possède un réseau hexagonal simple, c'est un matériau réfractaire, relativement bon conducteur d'électricité. On l'utilise à l'état poudre pour les mines de crayons, pour la lubrification (combinaison de graphite et de graisse), dans les bronzes graphités ou encore en suspension colloïdale. Le carbone dont le point de fusion est supérieur à 3500 °C est soluble dans le fer et peut se cristalliser à l'état pur en formant le graphite ou se combiner avec le fer en formant une phase intermétallique Fe_3C appelée cémentite ou carbone de fer. La phase inter métallique cémentite se différencie par la complexité de sa structure et de sa dureté. La Formation du graphite ou de la cémentite dépend des éléments d'alliage qui accompagnent le fer et surtout du type de refroidissement (vitesse de refroidissement).

Lorsque le refroidissement du métal liquide est lent, les atomes de carbone se cristallisent en formant le graphite. Dans le cas contraire, lorsque le refroidissement est rapide, on obtient de la cémentite (Fe_3C), qui ne peut se décomposer à la température ambiante, mais à une température maintenue supérieure à 500 °C et d'une durée très longue **[11]**.

I.3.3 La ferrite :

La ferrite c'est une solution solide de carbone dans le fer (structure cubique centrée). C'est de fer pratiquement pur qui ne contient que de traces de carbone (0.008%) à température ambiante **[12]**.

On distingue la ferrite α à basse température et à solubilité du carbone allant jusqu'à 0.02 % et la ferrite δ à haute température et à solubilité limite en carbone allant jusqu'à 0.1% **[11]**. La ferrite est peu tendre et très ductile. Elle est magnétique à ta température ordinaire, au microscope ta ferrite a l'aspect de grains homogènes polyédriques. Elle possède un réseau cubique centré et elle est ferromagnétique jusqu'à 760°C **[7]**.

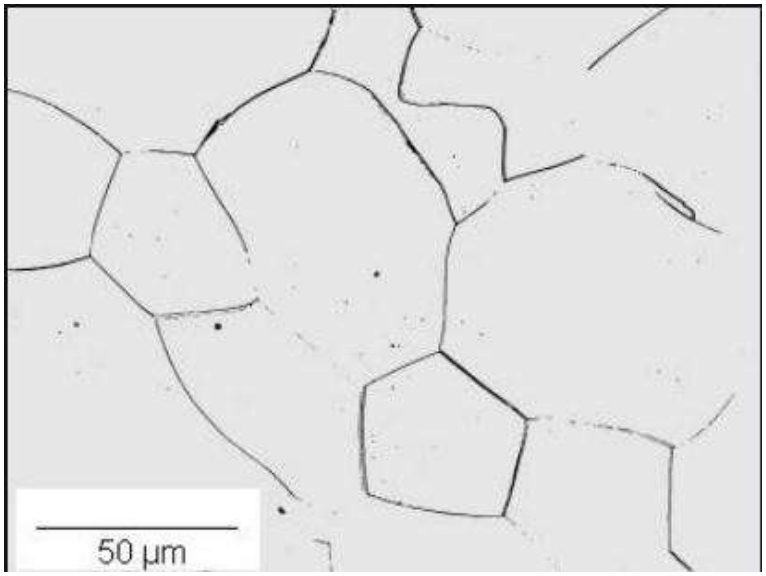


Figure I.2 : Photomicrographie de la structure de ferrite **[13]**.

I.3.4 L'austénite :

C'est une solution solide de carbone et d'autres inclusions dans l'allotropie γ du fer, qui est stable entre 910 °C et 1394 °C. Cette allotropie a une structure cristallographique cubique à faces centrées, qui permet une grande solubilité du carbone (jusqu'à 2.1% massique à 1147°C) **[12]**. L'austénite est stable à haute température, elle est peu dure est relativement malléable (HB = 300). La microstructure de l'austénite est composée de gains polyédriques. Elle peut exister à la température ambiante que dans un état métastable. Elle est anti-ferromagnétique **[11]**.

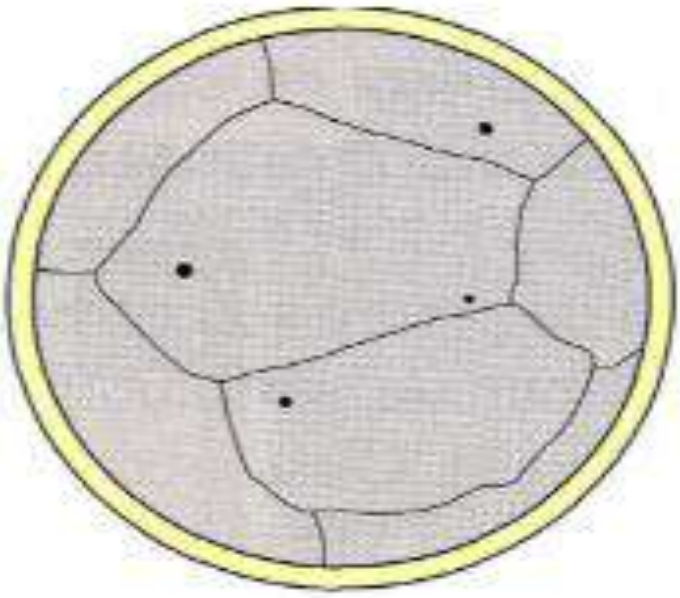


Figure I.3 : Micrographie représentante de l'austénite **[14]**.

I.3.5 La cémentite (ou carbure de fer) :

La cémentite est un composé chimique dont la formule est Fe_3C. Elle contient 6.67 % de carbone et elle peut contenir des éléments tels que le Cr. Elle apparaît en blanc après attaque au Nital sans que l'on puisse distinguer les joints de grains **[5, 12]**.

Sa densité élevée est de 7.82 et présente une grande dureté **[15]**. Elle est magnétique jusqu'à 210 °C **[11]**. Sa structure cristalline diffère de celle du Fer et du carbone, elle est orthorhombique avec une maille composée de douze atomes de Fer, entre lesquels sont insérés quatre atomes de carbone ; elle peut être décrite sur la base d'un empilement compact d'atomes de Fer **[9]**.

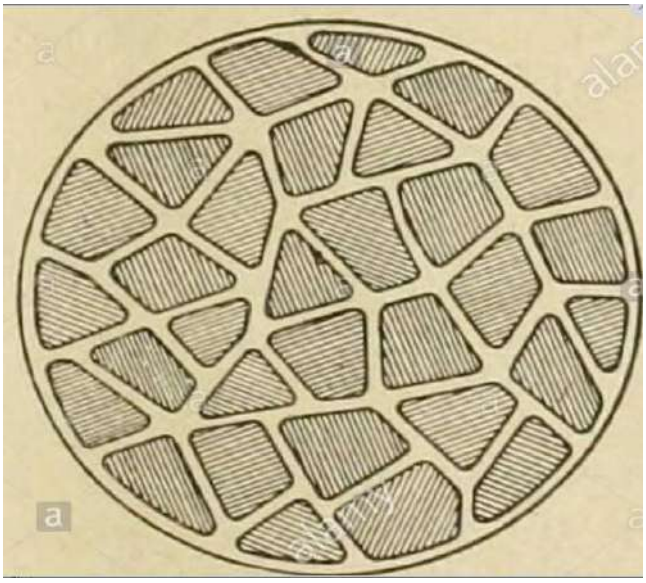


Figure I.4 : Micrographie représentante de la cémentite (ou carbure de fer) **[16]**.

I.3.6 Le graphite :

C'est un minéral qui est, avec le diamant, la lonsdaleite et la chaoite, l'une des allotropes naturelles du carbone. Il se trouve surtout dans les sédiments de métamorphisme régional mais, selon les roches, il peut se former aussi à partir du charbon organique, du magma ou par réduction des carbonates. Il est la forme stable du carbone à température et à pression ordinaires **[17]**. Le graphite est doux, sa résistance et sa conductibilité électrique sont faibles.

I.3.7 La perlite :

C'est un agrégat formé de 89 % de ferrite et 11 % de cémentite qui peut avoir deux aspects lamellaire ou globulaire. On distingue une alternance de bandes claires et sombres qui ne représentent pas les constituants mais correspondent aux zones planes et inclinées de l'échantillon, provoquées par l'abrasion préférentielle causée par le polissage. A faible grossissement, les lamelles peuvent ne pas être distinctes **[12]**. La perlite est dure et assez ductile.



Figure I.5 : Microstructure de la perlite **[18]**.

I.3.8 Ferrite + perlite :

C'est un mélange caractéristique des aciers hypoeutectoïdes. Proportions variables selon la teneur en carbone. Les grains de ferrite germent le long des joints de grains de l'austénite au refroidissement à la traversée du domaine $\alpha + \gamma$.

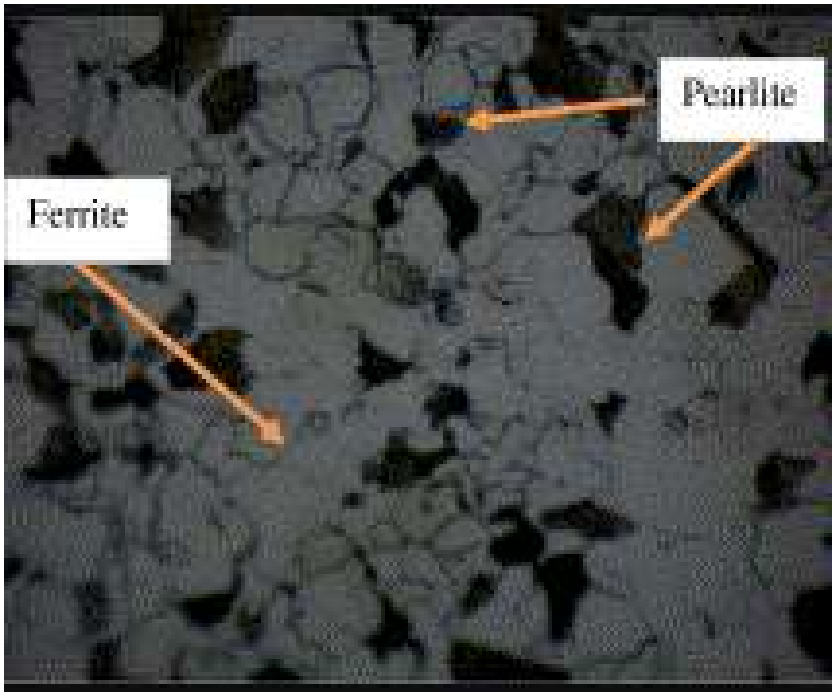


Figure I.6 : Microstructure de la ferrite + perlite **[19]**.

I.3.9 La martensite :

Cette phase cristallise dans le système quadratique. On peut la considérer comme une solution solide de carbone dans le réseau distordu de la ferrite. Cette distorsion est la caractéristique d'un acier refroidi rapidement depuis la température de l'austénitisation. La martensite possède une grande dureté (HV = 700 à 900), mais présente l'inconvénient d'être très fragile. Elle est ferromagnétique comme la ferrite. La martensite peut se présenter sous différentes morphologies : massive ou aciculaire. Cette dernière forme est de loin la plus répandue dans le cas des aciers faiblement alliés **[20]**.

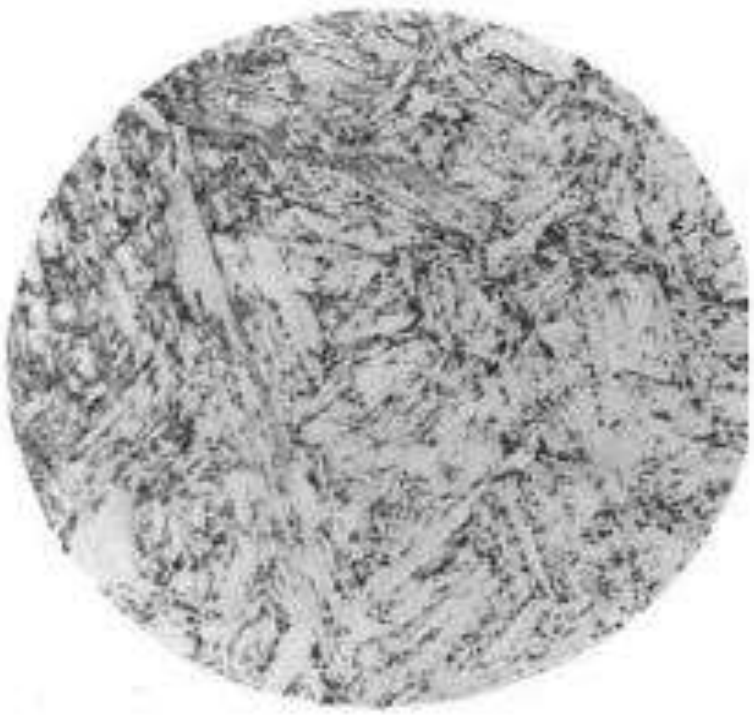


Figure I.7 : Microstructure de la martensite **[18]**.

I.3.10 La bainite :

Ce constituant qui présente une morphologie aciculaire est obtenu après des vitesses de refroidissement élevées. On distingue des bainites supérieures qui peuvent être considérées comme étant des plaquettes de ferrite contenant des carbures apparaissant parallèlement à l'axe de la plaquette, et des bainites inférieures qui s ' assimilent à des plaquettes de ferrite contenant une fine précipitation de carbures dispersés dans la plaquette de ferrite. Ces carbures ne sont discernables qu'en microscopie électronique. Les caractéristiques mécaniques associées à une texture bainitique approchent celles d'une structure martensitique **[20]**.



Figure I.8 : Microstructure de la bainite **[18]**.

I.3.11 La troostite :

C'est une perlite extrêmement fine obtenue pour des vitesses de refroidissement assez. Importantes (huile). Les nodules de troostite qui se développent à partir des joints de grains sont constitués par des lamelles de ferrite-cémentite non séparables en microscopie ontique. Cette microstructure est caractérisée d'une trempe douce. Les caractéristiques mécaniques de le troostite sont assez importantes (HV ≈ 450) **[20]**.

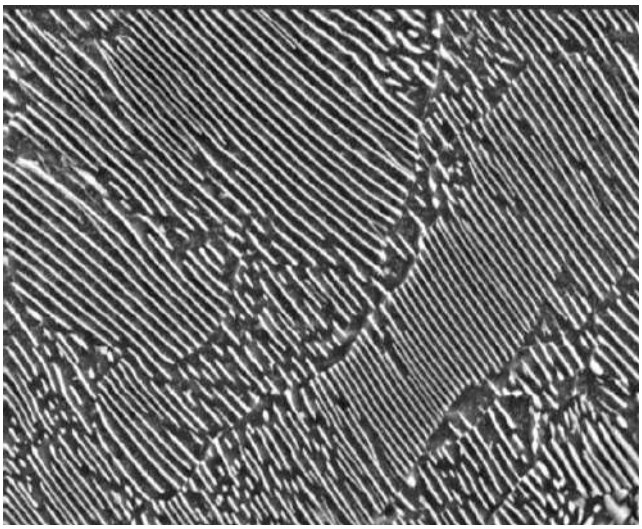


Figure I.9 : Microstructure de la troostite **[21]**.

I.3.12 La sorbite :

Ce constituant n'est plus un produit de décomposition directe de l'austénite puisqu'il correspond, en fait, à un stade de décomposition de la martensite pour des températures supérieures à environ 400°C. C'est un mélange complexe de carbure finement réparti dans

une matrice ferritique distordue. Elle conduit à des propriétés mécaniques intéressantes. Par exemple la dureté reste encore élevée (HV ≈ 300 à 400) pour une bonne résilience **[20]**.

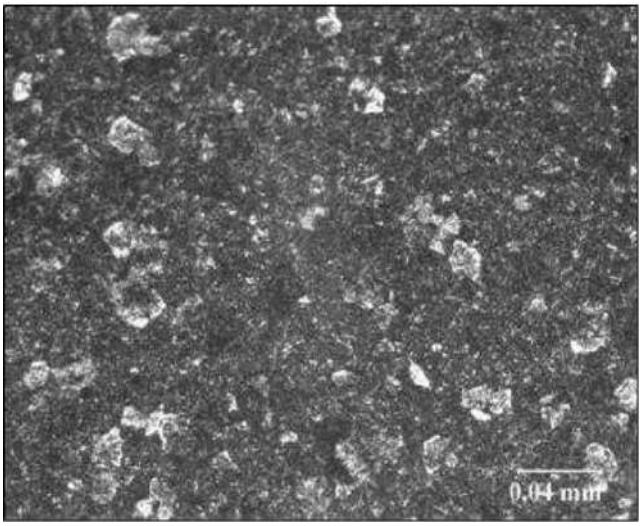


Figure I. 10 : Microstructure de la sorbite **[22]**.

I.4 CONSTITUANTS DES ACIERS

Rappelons que le fer existe sous deux variétés allotropiques différentes, c'est-à-dire avec deux formes cristallines. Aux basses températures et jusqu'à 910 °C, ses atomes sont disposés suivant un réseau cubique centré, c'est-à-dire qu'ils occupent les sommets et le centre d'un cube : on l'appelle alors fer α. Aux températures supérieures à 910 °C et jusqu'à 1394 °C, le réseau cristallin est du type cubique à faces centrées, c'est-à-dire que les atomes sont disposés aux sommets du cube et au centre de ses faces. On l'appelle fer γ. Au-dessus de 1394 °C et jusqu'au point de fusion, à 1538 °C, le fer retrouve la structure cubique centrée du fer α : on l'appelle alors fer δ pour distinguer son domaine de stabilité. Lors d'un chauffage, la transformation du fer α en fer γ se fait avec diminution de volume et absorption de chaleur. La transformation inverse se fait avec dilatation.

Cette existence des deux variétés allotropiques du fer joue un grand rôle pour les propriétés de l'acier. Le fait essentiel réside dans la différence de solubilité du carbone dans chacune de ces formes. Alors que cette solubilité du carbone est nulle ou extrêmement faible dans le fer α, elle est notable dans le fer γ, voisine de 2 % à 1145 °C. Cette solution de carbone dans le fer γ est appelée ***austénite***, tandis que la solution (très diluée : 0.0218 % à 727 °C) dans le fer α est appelée ***ferrite***. En raison de cette faible solubilité, le carbone forme avec le fer un troisième constituant, le carbure de fer Fe_3C, ou ***cémentite***.

Ainsi, un acier, alliage de fer et de carbone, est constitué, à la température ordinaire, d'un mélange de ferrite et de cémentite. Mais, à température plus élevée, alors que le fer α s'est transformé en fer γ, il comporte un seul constituant, l'austénite. Le chauffage destiné à provoquer cette transformation de l'acier est appelé *austénitisation*. La présence de carbone entraîne d'ailleurs des modifications de la température à laquelle se fait la transformation. Ces modifications sont exprimées dans le diagramme fer-carbone **[23, 24]**.

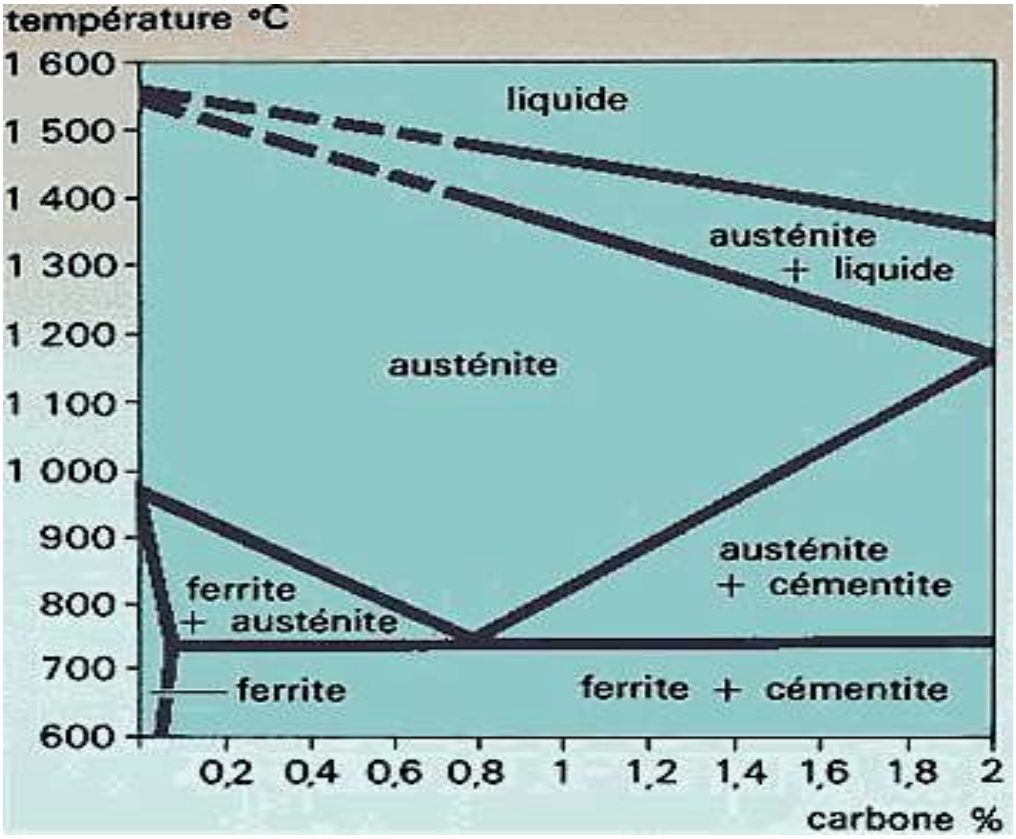


Figure I.11 : Domaines d'existence des différents constituants de l'acier **[23, 24]**.

Ce schéma fait abstraction du domaine du fer d'existant entre 1392 °C, e le point de fusion, pour les aciers à faible teneur en carbone. Un point remarquable doit être noté, correspondant à la teneur de 0.8 % de carbone. Ce point est dit eutectoïde ; les aciers qui contiennent moins de 0.8 % de carbone sont dits hypoeutectoïdes et ceux qui sont plus carburés, hypereutectoïdes.

Dans les aciers, la transformation $\alpha \leftrightarrow \gamma$ commence dès 730 °C, et se poursuit, dans un intervalle de température variable suivant la teneur en carbone. Pour un acier eutectoïde ayant une teneur en carbone de 0.8 %, la transformation entière se produit à 730 °C **[23, 24]**.

I.5 STRUCTURE DES ACIERS

Les aciers sont, à la température ambiante, constitués essentiellement par des mélanges de ferrite et de cémentite. Mais la superposition de ces deux constituants peut prendre des formes très différentes selon les conditions dans lesquelles ils ont pris naissance. Les structures de l'acier peuvent ainsi être extrêmement variées ; elles sont aisément mises en évidence par les techniques de la métallographie.

Celles-ci comportent l'examen d'une surface du métal très soigneusement polie et attaquée par des réactifs convenables qui mettent en évidence, par des différences dans l'intensité de l'attaque, les divers constituants de l'acier. L'examen se fait à l'aide d'un

microscope optique. Des procédés un peu différents permettent l'examen au microscope électronique avec des grossissements beaucoup plus grands. On a pu constater que les propriétés d'un acier étaient essentiellement fonction de cette structure ; par conséquent, l'obtention d'une structure convenable est la clé qui permet d'attribuer à l'acier les propriétés désirées.

Ces structures dépendent des conditions dans lesquelles l'acier a été refroidi depuis le moment où, chauffé au-dessus du point de transformation, il était constitué par de l'austénite. En particulier, suivant la vitesse de refroidissement, on peut avoir, dans le cas de faibles vitesses, une répartition dans la ferrite de particules très grossières de cémentite, ou, au contraire, dans le cas de plus grandes vitesses, une superposition des deux constituants en éléments extrêmement fins, discernables seulement avec de très forts grossissements. À l'extrême, on peut arriver à une solution de carbone dans une ferrite déformée, solution en état de faux équilibre, puisque la solubilité du carbone dans la ferrite est extrêmement faible ; la structure formée est la martensite ; dès qu'un échauffement aura restitué aux atomes de carbone une certaine mobilité, ils se sépareront de la ferrite sous forme de carbure, tandis que la ferrite retrouvera sa cristallisation cubique centrée normale.

La connaissance des diverses structures auxquelles peut aboutir la transformation de l'austénite lors du refroidissement a accompli de grands progrès grâce à l'étude de cette transformation en conditions isothermes à divers températures. Lorsqu'on prend un échantillon d'un acier chauffé dans le domaine de l'austénite, qu'on le refroidit brusquement à une température inférieure à son point de transformation -par exemple, à 600 °C- et qu'on le maintient à cette température pendant une durée suffisante, on peut suivre, par différentes méthodes, la transformation de l'austénite en fonction du temps. On constate alors que cette transformation débute seulement après un "temps d'incubation" qui dépend de la composition de l'acier et, pour un acier donné, de la température. Il peut être d'une fraction de seconde, de quelques minutes ou de quelques heures. Après cette période d'incubation, la transformation commence par l'apparition de ferrite ou de cémentite, suivant que l'acier est hypo- ou hypereutectoïde. Cette formation de ferrite ou de cémentite correspond à un enrichissement ou à un appauvrissement en carbone de l'austénite non transformée. Le phénomène se poursuit jusqu'au moment où le mélange atteint la teneur eutectoïde de 0.8 % de carbone. À partir de ce moment, le constituant formé est un agrégat de ferrite et de cémentite. La transformation continue progressivement jusqu'à ce quelle soit complète.

On a pu tracer ainsi, pour chaque acier, des diagrammes dits **TTT** (température, temps, transformation) sur lesquels figurent les courbes représentant le début et la fin de la transformation et, très souvent, celle qui correspond à 50 % d'austénite transformée. Sur la figure I.12, on voit qu'à 700 °C la transformation commence, après environ 20 secondes, par un dépôt de cémentite; après 40 secondes, la transformation produit ferrite et cémentite. Vers 300 secondes, il y a 50 % d'austénite transformée et la transformation est complète après une heure environ. Lorsque la température baisse, la transformation est de plus en plus précoce et de plus en plus rapide. Vers 450 °C, elle débute en moins d'une seconde; elle est terminée en 3 à 4 secondes. Aux températures inférieures, elle est de nouveau plus lente.

Au-dessous d'une certaine température désignée par M_S – dans ce cas vers 190 °C –, la transformation prend un tout autre caractère. Elle n'est plus fonction du temps mais seulement de la température: à chaque température, une certaine fraction de l'austénite est transformée instantanément et il faut encore un abaissement de la température pour provoquer la transformation d'une nouvelle fraction.

Ce diagramme est donné à titre d'exemple. Les aciers alliés ont des diagrammes beaucoup plus complexes; des zones de température peuvent apparaître dans lesquelles l'austénite est totalement stable.

L'intérêt de l'étude des transformations isothermes de l'austénite ne réside pas seulement dans l'observation de la cinétique de cette transformation. Elle réside aussi dans la caractérisation des structures obtenues à chacune des températures, structures qui, en raison de l'isotherme de la transformation, sont homogènes. La structure observée après un refroidissement continu est, au contraire, souvent beaucoup plus complexe: elle comporte un mélange des structures élémentaires.

Ces structures élémentaires sont les suivantes:

- Par transformation peu au-dessous du point Ac1, on obtient une structure dite perlite globulaire : il s'agit d'une dispersion de globules de cémentite dans la ferrite, la densité de ces globules étant d'autant plus grande que le pourcentage de carbone est lui-même plus élevé. C'est l'état d'équilibre normal entre ferrite et cémentite, vers lequel tend la structure par maintien suffisamment prolongé à une température élevée mais inférieure à Ac1. On la rencontre dans l'acier parfaitement recuit. Elle correspond à la plus faible dureté.

- À de plus basses températures, on a, à côté de la ferrite ou de la cémentite, une perlite lamellaire constituée par des lamelles alternées de cémentite et de ferrite. Ces lamelles sont d'autant plus fines que la température de transformation est plus basse. Elles finissent par ne plus être perceptibles en microscopie optique. On a alors une structure dite troostite. La dureté de l'acier croît avec la finesse de cette structure perlitique.

- Aux températures encore plus basses –disons vers 400 °C– une nouvelle structure, dite bainite, apparaît dont l'éventualité est beaucoup plus fréquente dans les aciers alliés que dans l'acier au carbone. Cette bainite a une apparence aiguillée, elle aussi d'autant plus fine que la température est plus basse. On distingue parfois une bainite supérieure, assez grossièrement aiguillée, et une bainite inférieure, qui ne peut plus être micrographiquement résolue. Là encore, la dureté croît en même temps que la finesse des constituants (figure I. 12) et de façon relativement considérable. Alors qu'après transformation à 650 °C (perlite lamellaire souvent grossière) la dureté, mesurée avec une machine Rockwell, est 25 dans l'échelle C (empreinte réalisée avec un cône en diamant), elle devient 59 à 250 °C, après transformation en bainite inférieure.

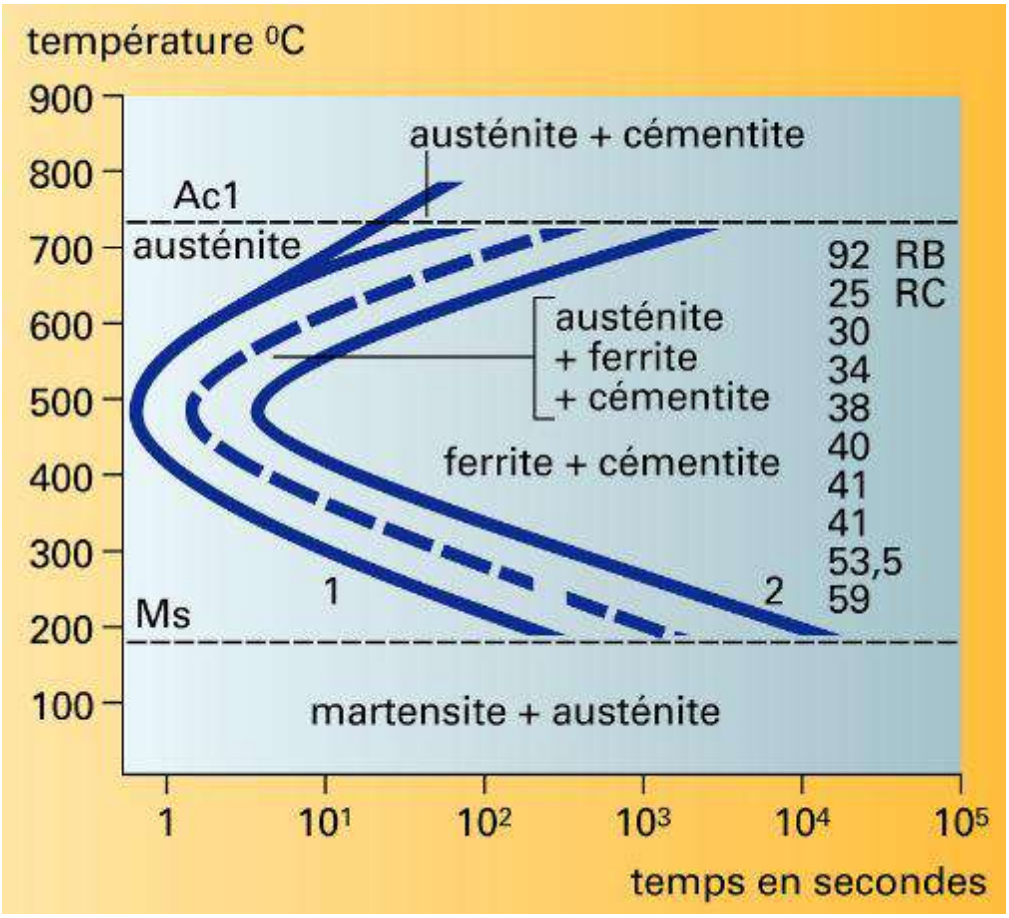


Figure I.12 : Diagramme TTT d'un acier **[23, 24]**.

Le mode de transformation que nous venons de décrire s'arrête au point dit M_S: comme nous l'avons dit, les processus deviennent alors tout à fait différents et ne dépendent plus du temps, mais seulement de la température. Le constituant formé est alors la martensite, solution métastable de carbone dans une ferrite dont le réseau cubique est déformé et devenu quadratique. Cette martensite est le constituant des aciers trempés; elle est d'autant plus dure que l'acier est plus carburé. À chaque température, la martensite existe en présence d'une certaine quantité d'austénite non transformée, quantité d'autant plus faible que la température est plus basse. Il existe une température, dite M_f, à laquelle la transformation martensitique est complète; mais cette température est souvent inférieure à la température ambiante. À moins de traitements spéciaux, il persiste alors, à côté de la martensite, une certaine quantité d'austénite dite résiduelle; dans certains cas, cette austénite ne peut pas se transformer par refroidissement, même à très basse température, le point M_f étant inférieur aux températures atteintes.

La martensite est, par nature, instable. Il suffit d'un chauffage et d'un maintien vers 100 °C pour qu'elle rejette une très grande partie du carbone qu'elle tient en solution. À mesure de ce rejet, elle revient vers le réseau normal, cubique centré, de la ferrite. Le carbone ainsi précipité l'est sous forme d'un carbure spécial de formule voisine de Fe_2C. À plus haute température, ce carbure se transforme lui-même en cémentite Fe_3C.

L'étude de la transformation isotherme de l'austénite conduit ainsi à la connaissance des constituants pouvant en résulter et des domaines de température dans lesquels ils apparaissent. Mais, dans la pratique, les aciers subissent, le plus souvent, un refroidissement continu depuis l'instant où ils sont purement austénitiques. À moins que l'abaissement de la température ne soit assez lent pour que la transformation se fasse tout entière dans le domaine perlitique, ou assez rapide pour que toute transformation soit évitée avant le point MS, la structure sera plus complexe: on observera la superposition de constituants formés à mesure du passage dans les divers domaines. Ce phénomène est peu sensible avec les aciers au carbone, pour lesquels la transformation est rapide (quelques secondes vers 500 °C), mais devient prépondérant avec les aciers alliés, pour lesquels les structures sont souvent extrêmement complexes **[23, 24]**.

I.6 FACTEURS INFLUENÇANT SUR LA STRUCTURE

Les conditions de la transformation de l'austénite et, par conséquent, la structure d'un acier à la température ordinaire ne dépendent pas uniquement de la vitesse de refroidissement. Elles sont fonction, entre autres facteurs, de la composition de l'acier. En effet, un acier, même non allié, n'est pas seulement un alliage de fer et de carbone. Il contient une certaine quantité d'autres éléments, ajoutés volontairement au cours de l'élaboration pour répondre à certaines nécessités, ou provenant d'impuretés apportées par les matières premières et qui n'ont pas pu être entièrement éliminées. Il n'est pas rare que la teneur totale en ces éléments dépasse la teneur en carbone de l'acier.

Les éléments ajoutés volontairement sont essentiellement des désoxydants - manganèse, silicium, aluminium, etc. -, dont le rôle est de fixer l'oxygène dissous dans le métal liquide sous une forme qu'on a cru longtemps inactive. D'autres éléments proviennent des matières premières ou de l'atmosphère des fours: azote, hydrogène, soufre, phosphore, etc. et, éventuellement, nickel, chrome ou autres éléments apportés par les riblons ou les ferrailles.

Tous ces éléments, qu'on appelle souvent "oligo-éléments" (à cause de leur faible concentration dans le mélange final), jouent, à côté du carbone, un rôle important lors de la transformation de l'austénite et agissent donc sur les propriétés de l'acier. Ils modifient les vitesses de transformation, dans un sens ou dans l'autre, mais généralement en les diminuant, c'est-à-dire que les courbes du diagramme TTT sont plus ou moins reportées vers la droite.

Cette influence est souvent renforcée par le fait qu'ils ne sont pas toujours répartis d'une façon homogène dans l'acier mais que, comme le carbone d'ailleurs, ils peuvent être "ségrégés", c'est-à-dire être rassemblés, lors de la solidification, dans certaines parties du métal, très souvent entre les cristaux ou dans les fractions du lingot solidifiées en dernier lieu. Ces ségrégations, très importantes dans le métal brut de coulée, s'atténuent lors des transformations ultérieures du lingot, à l'occasion des chauffages successifs et des déformations du métal. Mais elles restent décelables même après des déformations importantes. Les teneurs en ces éléments peuvent être très élevées en certains points de l'acier, de sorte que les conditions de transformation, donc la structure, peuvent être très hétérogènes.

La présence d'éléments autres que le carbone est aussi importante en raison de leur action sur la position des courbes de transformation, donc sur les constituants de l'acier après un cycle de refroidissement. Mais elle se manifeste également par leur effet sur un caractère important d'un acier: sa grosseur de grain à l'état austénitique.

Les méthodes de la métallographie montrent qu'une solution solide métallique, ce qui est le cas de l'austénite, est constituée par une juxtaposition de grains ayant chacun une orientation cristalline déterminée. Cette caractéristique s'explique par les processus de germination et de croissance, le développement d'un cristal à partir d'un germe étant limité par celui des cristaux voisins. Entre ces "grains", une zone de transition désorientée constitue le "joint de grain". La "grosseur de grain", mesurée par le nombre de cristaux dans un certain volume ou, plus simplement, par le nombre de cristaux rencontrés dans une coupe de section déterminée, joue un rôle important. On montre qu'elle dépend, d'une part, de la température à laquelle l'acier est chauffé et de la durée du maintien à cette température, d'autre part, d'un caractère inhérent à l'acier qui le rend plus ou moins sensible à un grossissement des grains pendant le chauffage, caractère qui est lié à la présence de certaines impuretés ou constituants de l'acier, tels que le nitrure d'aluminium, des oxydes ou des carbures peu solubles. On a montré, par exemple, qu'à un grain plus gros correspondait un déplacement vers la droite des courbes du diagramme TTT, donc une plus grande stabilité de l'austénite et une transformation plus lente.

Ainsi, de multiples facteurs agissent sur la vitesse de transformation de l'austénite et, par conséquent, sur la structure et les propriétés de l'acier. On retrouve, en particulier, l'influence de toute l'histoire de l'acier, celle des matières premières dont il provient, des détails du processus d'élaboration et des déformations et traitements qu'il a subis. Cela explique la complexité des phénomènes et le fait qu'ils ne soient connus que depuis peu de temps **[23, 24]**.

I.7 TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS

Ces considérations sur la structure de l'acier, fonction des conditions de refroidissement, ont une grande importance pratique. Elles sont, en effet, à la base des divers traitements thermiques qui permettent d'attribuer à un acier un large éventail de propriétés.

Le plus simple de ces traitements est le recuit , qui comporte soit un chauffage au-dessus du point de transformation suivi d'un refroidissement très lent, soit un chauffage un peu au-dessous du point de transformation, avec un maintien très prolongé à cette température, suivi d'un refroidissement qui peut être assez rapide, à l'air, par exemple. La vitesse du refroidissement, dans le premier cas, la durée du maintien du chauffage, dans le second cas, sont fonction de la composition de l'acier. Le recuit fait disparaître toutes les contraintes qui pouvaient subsister dans l'acier à la suite des déformations et des traitements thermiques ou mécaniques qu'il avait antérieurement subis. Il le ramène dans un état voisin de l'état d'équilibre avec une structure de cémentite, souvent globulaire, dispersée dans la ferrite. C'est l'état d'adoucissement maximal, qui est parfois le plus favorable pour l'usinage.

Un autre traitement thermique souvent pratiqué est la normalisation : celle-ci comporte un chauffage au-dessus du point de transformation, suivi d'un refroidissement à l'air. Il en résulte un adoucissement et l'élimination d'une grande partie des contraintes, mais la structure et les propriétés ne sont pas toujours bien définies puisque la vitesse de refroidissement est fonction de la dimension de la barre ou de la pièce. La normalisation permet cependant de mettre le métal dans un état bien reproductible, compte tenu de ces réserves.

Mais le durcissement par trempe est peut-être le traitement thermique le plus important. Il consiste à chauffer l'acier au-dessus du point de transformation – c'est ce que nous avons appelé l'austénitisation – et à le refroidir brusquement par immersion dans un liquide, eau ou huile, ou même simplement à l'air pour certains aciers (dits parfois autotrempants). L'alliage acquiert alors une grande dureté, d'autant plus grande qu'il est plus carburé.

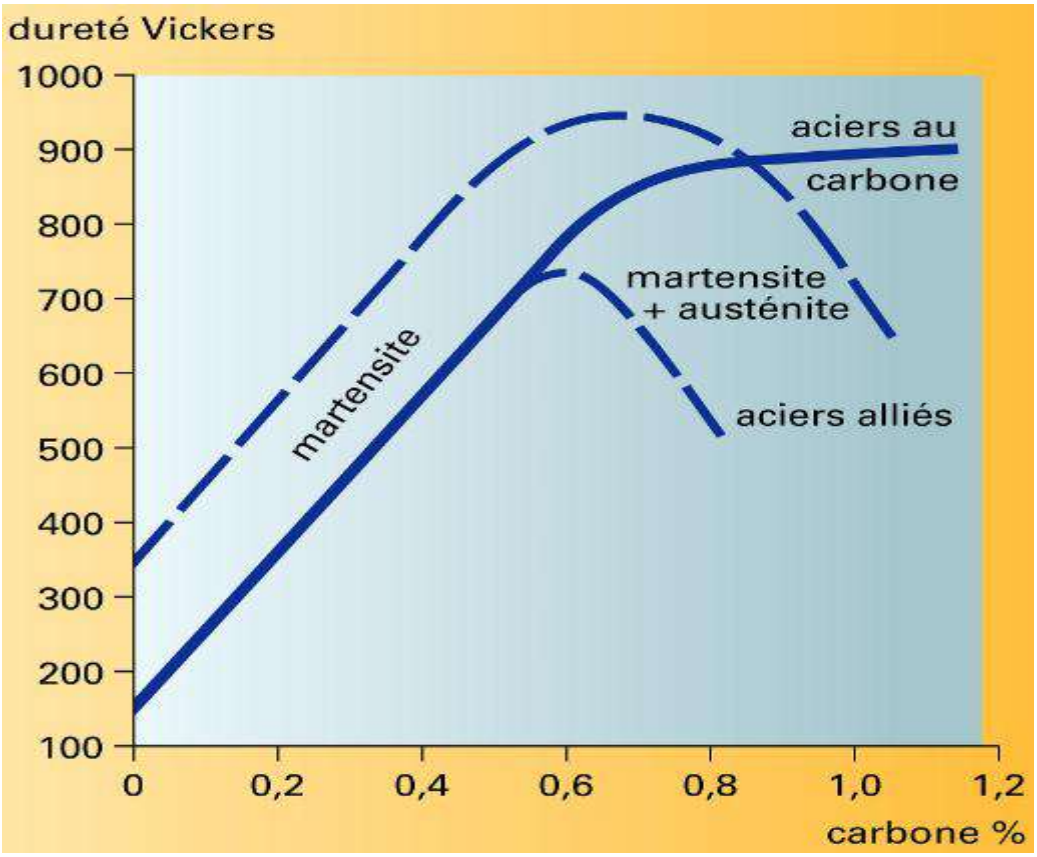


Figure I.13 : La variation de dureté de l'acier trempé en fonction de la teneur en carbone **[23, 24]**.

Rappelons que, dans cet état, la structure de l'acier est dite martensitique; elle comporte parfois des restes d'austénite non transformée, ce qui explique la dureté moindre des aciers alliés très carburés. Cette structure est fondamentalement instable, le carbone se trouvant en sursaturation dans la ferrite.

La déformation du réseau cubique centré de la ferrite en un réseau quadratique est la cause de la dureté élevée de la martensite. Mais elle provoque également une fragilité, d'autant plus grande que la teneur en carbone est plus élevée. Le durcissement par trempe est

donc accompagné d'une fragilisation. C'est pour cette raison que le traitement de trempe est habituellement suivi d'un revenu, qui est un chauffage avec maintien plus ou moins prolongé à une température inférieure au point de transformation. Ce revenu a pour effet un adoucissement avec, simultanément, une diminution de la fragilité. Il permet d'ajuster les caractéristiques de résistance et de ductilité de l'acier à celles qui conviennent pour l'emploi envisagé.

Les phénomènes se produisant au cours du revenu sont parfois très complexes. Dans le cas des aciers non alliés, la cémentite précipite puis se "coalesce" à mesure que la température s'élève ou que la durée du revenu s'accroît: la dureté diminue progressivement. En présence d'éléments d'alliage, la précipitation de carbures alliés autres que la cémentite complique beaucoup les phénomènes. Il peut même se produire, dans certaines zones de température, des durcissements secondaires. Il faut tenir compte, enfin, de la décomposition de l'austénite résiduelle éventuelle, soit au cours du revenu, soit pendant le refroidissement consécutif à ce traitement. Les conditions du revenu, c'est-à-dire la température atteinte et la durée du maintien, doivent être fixées, suivant le but visé, en tenant compte de la composition de l'acier et de cette complexité des phénomènes.

Il existe bien d'autres traitements thermiques pouvant être appliqués aux aciers, en particulier certaines variantes dans le processus même de la trempe: on peut, par exemple, immerger l'acier non pas dans un liquide froid mais dans un bain à température plus ou moins élevée et l'y maintenir un certain temps. On peut modifier ainsi les structures de trempe ou éviter des déformations et obtenir une grande variété de résultats.

Dans certains cas, ces traitements thermiques ne sont appliqués qu'à une partie d'une pièce d'acier, en général la surface, et sur une profondeur limitée. Cela peut être obtenu en chauffant la pièce partiellement, soit en la maintenant dans un four un temps insuffisant pour laisser la chaleur pénétrer jusqu'au centre, soit en appliquant des modes de chauffage particuliers qui n'intéressent que la surface (chalumeaux, chauffage par induction...).

D'autres traitements consistent à modifier superficiellement la composition de l'acier, par exemple en y incorporant du carbone (cémentation) ou de l'azote (nitruration) ou les deux éléments simultanément (carbonitruration).

On peut ainsi faire varier dans de très larges limites les propriétés des aciers en agissant sur les traitements thermiques qu'il est possible de leur faire subir. C'est là, très certainement, l'origine du développement extraordinaire de leurs utilisations **[23, 24]**.

Chapitre II

Traitement thermique et thermochimique de l’acier

II.1 INTRODUCTION

La structure micrographique des aciers est liée aux procédés d'élaboration et doit répondre aux conditions dans lesquelles les procédés de mise en forme sont utilisés. Elle peut être profondément modifiée par le traitement thermique. Ces modifications structurales, issues du traitement thermique, permettent de conférer au matériau des propriétés particulières adaptées à sa meilleure utilisation sous forme de pièce finie, ou à sa mise en œuvre dans les meilleures conditions sous forme de demi-produit. Pour ces raisons, le choix d'un traitement thermique suscite souvent plusieurs contradictions, les solutions sont souvent multiples et le choix du traitement thermique pour une gamme de fabrication est d'une importance capitale. Certaines propriétés sont relativement simples à relier à la structure micrographique, mais à la complexité d'un grand nombre d'entre elles s'ajoutent des possibilités d'évolution en fonction des paramètres physiques comme la température ou le temps qui étant à la base même des traitements thermiques, jouent beaucoup sur l'évolution des structures micrographiques. C'est par l'évolution du comportement, à l'échelle micrographique ou cristalline, en fonction de la température, que l'on peut expliquer son rôle sur certaines propriétés, ce qui impose des conditions d'emploi particulières des certains alliages **[25]**.

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, carbonitruration, nitruration, 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 **[26, 27]**.

II.2 TRAITEMENT THERMIQUE

II.2.1 Introduction :

Les traitements thermiques se définissent comme étant « l'ensemble des opérations de chauffage et de refroidissement contrôlé » appliqués à des métaux et alliages . De manière générale, les traitements thermiques agissent au niveau microstructural des métaux (matrice, précipités, distribution). Ils permettent de modifier les propriétés mécaniques (en les augmentant ou en les diminuant), les propriétés physiques (par exemple , les conductibilités thermiques et électriques) et les propriétés chimiques (par exemple ,la résistance en corrosion). Généralement, les traitements thermiques sont des opérations qui consistent à faire varier la température des métaux qui reste néanmoins à l'état solide. La variation de la température en fonction du temps est appelée cycle thermique (chauffage , maintien et refroidissement **) [1]**.

II.2.2 Définition :

On désigne par traitement thermique, tout cycle d'opération faite à chaud, destinée à modifier les propriétés mécaniques d'un métal pour lui donner de nouvelles qualités mécaniques. Le mode opératoire du traitement thermique consiste en un chauffage, un maintien et ensuite un refroidissement (figure II.1**) [28]**.

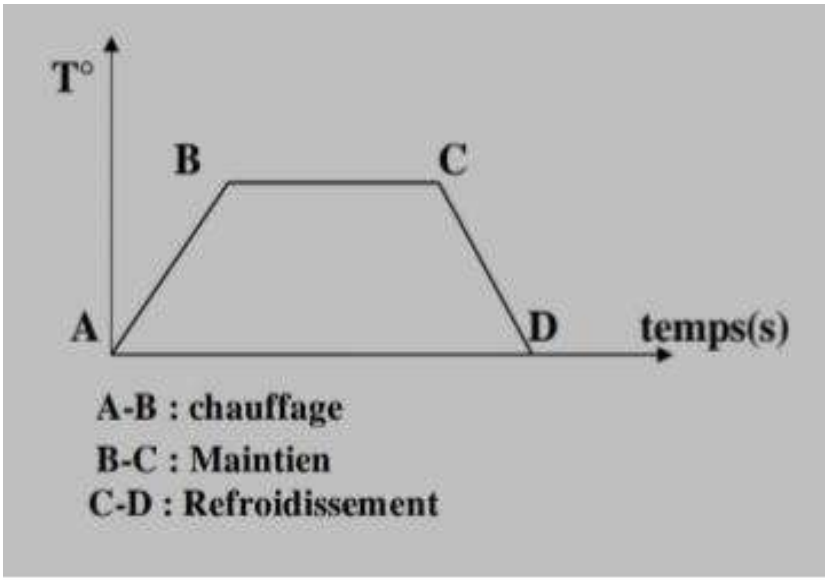


Figure II.1 : Mode opératoire d'un traitement thermique **[28]**.

II.2.3 Principes, Buts et rôle des traitements thermique :

La plupart des matériaux sont susceptibles de subir des traitements thermiques. C'est ainsi que l'on peut modifier les structures des matières plastiques, des vôtres, des céramiques, mais ce sont les matériaux métallique, métaux et alliages, qui offrent les plus grandes possibilités de traitement thermique : on peut même dire que c'est grâce à eux que l'on peut en tirer le plus grand profit. L'importance commerciale des traitements thermiques est considérable.

Les modifications structurales obtenues par traitement thermique permettent, de conférer à un matériau des propriétés particulières adaptées à sa meilleure utilisation sous forme de pièce finie, ou à sa mise en œuvre dans les meilleures conditions, sous forme de demi-produit ou d'ébauche. Ces améliorations contribuent très souvent à une diminution des coûts, car elles permettent l'emploi d'alliages bon marché quand on sait les traiter convenablement, ou la diminution du nombre de nuances à utiliser pour un type de fabrication donné, en choisissant un traitement bien adapté à chaque propriété recherchée.

Il faut préciser, dès à présent, que les traitements thermiques permettent, une modification de toutes les propriétés des matériaux, car celles-ci sont toutes étroitement liées à leur structure : propriétés mécaniques, propriétés chimique et de résistance à la corrosion, propriétés physiques diverses (électriques, magnétiques, etc.). On commence à bien comprendre les relations entre structure et propriétés, et, comme on peut maîtriser les évolutions structurales par traitement thermique, il est souvent possible d'obtenir ainsi les propriétés voulues.

Il s'agit, bien entendu, d'améliorer les propriétés des matériaux pour leur emploi mais, souvent, l'amélioration de l'une d'elles va généralement de pair avec une dégradation d'autres propriétés. Ainsi, une augmentation de dureté ou de résistance mécanique est toujours associée à un accroissement de la fragilité ou à une diminution de la ductilité de nombreuses autres propriétés, mais aussi à une diminution de l'usinabilité ou à une impossibilité d'emploi du matériau traité thermiquement pour le soudage par exemple, de même, un recuit permet en général d'augmenter la malléabilité et la facilité de mise en forme, mais diminue la dureté, la résistance mécanique et la résistance à l'usure, l'usinabilité pouvant être, selon le cas , améliorée ou diminuée.

Ce sont surtout les industries de pointe (aéronautique, nucléaire, essentiellement) et les industries de grande série (automobile) qui ont poussé au développement des performances des alliages et à la mise au point de traitement thermique permettant d'atteindre ces performances. On rencontre alors, parmi les alliages traités thermiquement, des domaines d'application spécifique.

Quand un alliage doit être utilisé sous des sollicitations diverses et simultanées, il est souvent nécessaire de faire des choix entre les propriétés et de faire des concessions à certaines d'entre elles. C'est ainsi qu'un acier traité à haute résistance est en général sensible à la corrosion sous tension, et que, dans le cas où un tel acier est soumis à ce type de corrosion, il convient de ne pas le traiter à son plus haut niveau de résistance mécanique : l'emploi de cet acier pourra néanmoins se révéler plus intéressant, même s'il n'est pas traité à son niveau optimal de résistance.

Pour ces raisons, le choix d'un traitement thermique résulte souvent d'un compromis entre plusieurs propriétés contradictoires, les solutions sont souvent multiples, et le choix de la place des traitements thermiques dans une gamme de fabrication est d'une importance capitale **[29]**.

II.2.4 Origines et bases des traitements thermiques :

Les traitements thermiques, ayant pour but des modifications de structure d'une part, et de la morphologie de cette structure d'autre part, sont donc fondés respectivement sur les possibilités d'évolution structurale des métaux et alliages, et sur les mécanismes de ces évolutions.

L'existence de transformations à l'état solide dans les métaux et alliages peut être connue en consultant les diagrammes de phases correspondants. Il faut noter que les diagrammes d'équilibre ne suffisent pas, en général, pour connaître toutes les possibilités de transformation à l'état solide, car certaines d'entre elles ne s'effectuent pas dans les conditions d'équilibres et ne conduisent pas non plus toujours à des structures ou à des phases d'équilibres. Les phases obtenues peuvent dans les diagrammes d'équilibre, ou alors se rencontrent à l'extérieur de leur domaine normal de température et de composition.

Il faut distinguer deux classes de transformations à l'état solide :

-les transformations qui correspondent à de véritables changements de phases avec modification des structures cristallines ou atomiques :

- Transformation allotropique dans les métaux purs ou les alliages ;
- Transformation eutectoïde ;
- Transformation péritectoïde ;
- Précipitation dans une phase qui devient sursaturée à partir d'une certaine température, ou, inversement, redis solution d'une phase précipitée ou dispersée ;
- Transformation ordre–désordre, bien qu'il n'y ait pas modifications de la structure cristalline ;
- Transformation magnétique correspondant à des modifications au niveau des atomes eux-mêmes, sans modification à l'échelle de la répartition des atomes dans réseau cristallin.

- les transformations qui correspondent à l'évolution progressive des phases de l'alliage ou de leur morphologie, sans changement de structure cristalline :

- Homogénéisation d'une phase hétérogène ;
- Relaxation ou détente des contraintes résiduelles ;
- Diminution du taux de défauts par restauration et recristallisation ;
- Formation d'une texture d'orientation préférentielle ;
- Grossissement du grain ;
- Globalisation ou coalescence de certaines phases.

Les mécanismes de ces transformations, qui contrôlent leur évolution, sont souvent sensibles à la structure micrographique des phases : par exemple, l'apparition d'une nouvelle phase dans une phase solide est, la plupart du temps, facilitée sur les joints de grains et sur les défauts (dislocations, fautes d'empilement). Souvent aussi, ils sont liés à la structure cristallographique ou à la texture, la phase nouvelle qui apparaît étant fréquemment en relation cristallographique précise avec la phase initiale (transformation martensitique, précipitation continue, recristallisation, par exemple) **[29]**.

II.2.5 Les traitements thermiques des aciers :

On définit les aciers des traitements thermiques par rapport à leur composition chimique, car elle permet de déterminer les traitements qu'on peut leur appliquer en fonction des propriétés désirées. Les aciers des traitements thermiques sont soit des aciers au carbone sans autres éléments d'aditions que des éléments standard Mn et Si, soit des aciers alliés

contenant en proportions variables d'un ou plusieurs éléments d'addition (Cr, Ni, V, etc.) **[30]**.

Les traitements thermiques des aciers recouvrent un ensemble d'opérations ayant pour but des transformations structurales à l'état solide sous l'influence de cycles thermiques choisis, afin d'optimiser leurs propriétés mécaniques ou physiques : résistance à la rupture, aux chocs et à l'usure; ténacité; élasticité et la dureté… Les opérations des traitements thermiques sont couramment mise en œuvre dans des fours à l'atmosphère ou sous vide. Les procédés utilisés sont des traitements de durcissement (trempe, cémentation…) et des traitements d'adoucissement (recuits…) **[31]**.

II.2.5.1 Buts des traitements thermiques des aciers :

Les traitements thermiques sont constitués par un certain nombre d'opérations combinées de chauffage et de refroidissement ayant pour but :

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

- Augmentation de la résistance à la rupture et de la limité élastique Re, A % en donnant une meilleure tenue de l'élément ;

- Augmentation de la dureté, permettant à des pièces de mieux résister à l'usure ou aux chocs.

b. De régénérer un métal qui présente un grain grossier (affiner les grains, homogénéiser la structure) cas des matériaux ayant subit le forgeage.

c. De supprimer les tensions internes (écrouissage) des matériaux avant subit une déformation plastique à froid (emboutissage, fluotournage).

En dehors du recuit de recristallisation qui permet de supprimer l'écrouissage, les traitements thermiques ne s'appliquent pas aux métaux purs, mais seulement à quelques alliages pour lesquels on recherche principalement une augmentation de la limite élastique et une diminution de la fragilité. En général les traitements thermiques ne changent pas la composition chimique de l'alliage **[32]**.

II.2.6 Grandes classes de traitements thermiques de l'acier :

II.2.6.1 La trempe :

Après chauffage et maintien, les pièces sont soumises à un refroidissement selon le mode approprié, dont la vitesse est réglée par le milieu de trempe utilisé, refroidissement qui peut se faire en air calme, air soufflé, dans l'huile, en bains de sels, etc., et suivant les alliages des pièces et les caractéristiques recherchées **[25]**. Pour obtenir une trempe efficace, on est amené à chauffer le métal à une température assez élevée jusqu'au domaine austénitique.

II.2.6.2 Revenu :

C'est une opération qui suit le traitement thermique (généralement la trempe). Les paramètres principaux du revenu sont la température de chauffage et la durée de maintien à cette température. La vitesse de refroidissement après revenu a une influence faible sur l'état des contraintes résiduelles. Néanmoins plus le refroidissement est lent, plus les contraintes résiduelles sont faibles **[33]**. Le revenu a pour rôle essentiel de faire évoluer une structure hors équilibre, obtenue par trempe, vers un état proche de l'équilibre. Il s'effectue à température modérée inférieure à la température de trempe.

- ✓ Revenu à basse température : Le revenu à basse température s'effectue avec un chauffage entre 200 °C et 300 °C.
- ✓ Revenu à température intermédiaire : Le revenu à température intermédiaire se réalise entre 300 et 500 °C.
- ✓ Revenu à haute température : Le revenu à haute température se fait entre 500 et 700 °C.

Le plus souvent, il ne permet pas d'atteindre l'état d'équilibre obtenu par recuit. La nature des phases obtenues et leur composition sont en général voisines de celles obtenues par recuit, mais la structure micrographique est considérablement plus fine.

La trempe et le revenu des aciers n'ont pas seulement pour but de régler la dureté mais visent plutôt à établir le meilleur compromis entre l'usinabilité, la résistance à l'usure et les caractéristiques mécaniques (résistance, résilience, plasticité) **[34]**.

a- Différents types de revenu :

Selon la composition chimique de la pièce et sa destination ultérieure, la pièce mécanique trempée peut recevoir l'un des types de revenu suivants :

- Revenu à basse température : 150 °C.
- Revenu au-dessus de 400 à 500 °C.
- Revenu dans un domaine thermique de 500 à 800 °C **[28, 35]**.

II.2.6.3 Recuit :

Le but visé par le recuit consiste à mettre le métal dans un état d'adoucissement ne présentant aucune trace laissée par les diverses manipulations subies antérieurement par le métal. Le recuit est un traitement thermique qui est composé d'opérations de chauffage, du séjour et un refroidissement ultérieur lent. Ce traitement comprend un chauffage au-dessus de l'intervalle de transformation.

Le refroidissement qui suit le maintien à cette température doit être réalisé afin d'obtenir les constituants et la dureté désirés selon la vitesse de refroidissement.

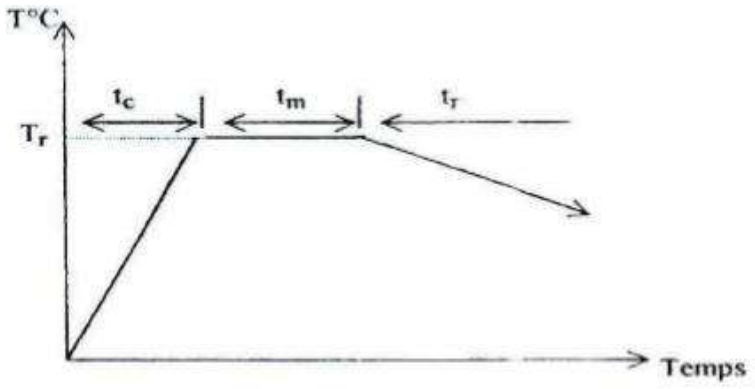
- ✓ Refroidissement rapide, à l'air.
- ✓ Refroidissement lent, dans le four.

Trois types de recuit peuvent être envisagés :

- ✓ Recuit complet à haute température, supérieure à 900 °C ;
- ✓ Recuit à température moyenne, supérieure à la température de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$;
- ✓ Recuit à basse température, au-dessous de l'intervalle de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ **[25]**.

a- Principe du recuit :

Les recuits en général amèneront les alliages en équilibre physico-chimique et mécanique. Ils tendent à réaliser l'équilibre structural faisant disparaître les états hors d'équilibre résultants des traitements thermiques et mécaniques antérieurs **[36]**.



T_r : température de recuit. t_c : temps de chauffage.

t_r : temps de refroidissement. t_m : temps de maintien.

Figure II.2 : Représente la vitesse de refroidissement doit être inférieure à la vitesse critique de recuit **[36]**.

b- But de recuit :

- Diminuer la dureté d'un acier trempé ;
- Obtenir le maximum d'adoucissement pour faciliter l'usinage ou les traitements mécaniques ;
- Régénérer un métal cristallin, écroui ou surchauffé ;
- Homogénéiser des structures hétérogènes;
- Réduire les contraintes internes ;

- Stabiliser des tensions moléculaires ;
- Consiste à chauffer une pièce jusqu'à une température dite de recuit (350 °C-1200 °C) qui dépend du type de recuit à réaliser pendant un temps déterminé puis procédé à un refroidissement très lent généralement à l'air calme.

En réalité, le recuit nécessite dans chaque cas des applications assez différentes de chauffage et de refroidissement, suivant la classe de l'acier et le but à atteindre. On a généralement recours à deux méthodes de traitement bien distinctes :

- ❖ Le recuit intégral par chauffage au-dessus de la température de transformation, amenant l'acier à l'état de solution solide homogène comme pour le tremper et en le refroidissant assez lentement pour éviter le durcissement ;
- ❖ Le recuit à une température inférieure au point critique, ce qui correspond à un revenu à température maximum **[37]**.

II.2.7 Coûts des traitements thermiques :

L'exécution des traitements thermique dans les conditions choisies a lieu grâce à un ensemble de matériels nécessitant de gros investissements et souvent coûteux en énergie : fours divers, générateurs d'atmosphères, dispositifs de transfert de pièces, etc. En raison de la complexité des opérations et de la particularité de chaque traitement pour de pièces de dimension, de formes et de matériaux différents, le coût des traitements thermiques est très difficile à déterminer a priori : il s'agit le plus souvent de cas d'espèces. Il faut, en réalité, faire un bilan global du coût total de chaque pièce car un traitement thermique sera par exemple bon marché sur un acier cher mais facile à traiter et, au contraire sera plus cher sur un acier bon marché mais plus difficile à traiter pour obtenir les mêmes caractéristiques finales. Les coûts peuvent devenir très élevés quand il est nécessaire de s'équiper, pour le traitement de pièces particulières, d'une installation spécifique indispensable qui ne sera pas utilisée à sa pleine capacité **[32]**.

II.2.8 Les inconvénients du traitement thermique :

Parmi les défauts principaux qu'un traitement thermique peut produire, on peut citer les tapures extérieures et intérieures, la déformation et le gauchissement et les microfissures après la trempe.

II.2.8.1 les tapures :

Les tapures se forment le plus souvent au cours de la trempe, lorsque les contraintes internes de traction dépassent la résistance de l'acier à décohésion. L'aptitude à la formation des tapures s'accroît avec l'augmentation de la teneur de l'acier en carbone, l'élévation de la température et l'accélération du refroidissement dans l'intervalle de température de la transformation martensitique. Les tapures peuvent encore résulter de la concentration des contraintes élastiques locales. Les tapures sont un défaut incorrigible.

II.2.8.2 déformation et gauchissement :

La déformation qui résulte de la modification des dimensions et de forme de la pièce enregistrée au cours d'un traitement thermique, et l'effet des changements de volume provoqués par des transformations de phase non homogène, ainsi que des contraintes thermiques et structurales. Le gauchissement s'observe surtout lorsque le chauffage est irrégulier ou trop poussé, ainsi que le positionnement défectueux de la pièce immergée et la vitesse de refroidissement trop grande dans l'intervalle de température martensitique. L'élimination de ces causes réduit nettement le gauchissement **[32]**.

II.3 TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES

II.3.1 Définition :

Ces traitements thermochimiques permettent d'obtenir des caractéristiques particulières à la surface d'une pièce sans altérer les caractéristiques dans la masse. Selon leur principe, ils améliorent principalement une ou plusieurs des caractéristiques suivantes : la dureté en surface, la résistance à l'usure, la résistance à la corrosion et le comportement au frottement. **[38]**.

II.3.2 Types des traitements thermochimiques :

Il existe de nombreux types de traitements thermochimiques ayant pour but d'améliorer la résistance des pièces à la fatigue, à l'usure, au frottement, au grippage, à la corrosion…etc, on se limitera à décrire quelques traitements à savoir la cémentation par le carbone, la nitruration, la nitrocarburation et la carbonitruration **[39]**.

II.3.2.1 Cémentation :

La cémentation est le procédé le plus ancien de la saturation de la superficie 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 AC_3, le plus souvent entre 850 °C et 1000 °C **[40]**.

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 **[41]**.

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 **[42**]. En outre, certains

éléments d'alliage peuvent agir d'une manière sensible sur la vitesse de diffusion du carbone au cours de la cémentation **[43]**.

a- Techniques de cémentations :

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

a.1 Cémentation solide ou cémentation en caisse :

L'agent de saturation dans cette opération est un cément solide, le plus souvent le charbon de bois. Pour accélérer la cémentation, on ajoute au charbon des activants 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 cément 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 : $2CO \rightarrow CO_2 + O_{at}$.

L'addition du carbonate rend le cément beaucoup plus actif et enrichit l'atmosphère carburante en oxyde de carbone : $BaCO_3 + CBaO + 2CO$.

a.2 Cémentation liquide :

Les céments liquides sont à bases de cyanures ou de Ferro- cyanures fondus. Les pièces sont immergées dans le bain de sel fondu à la température choisie pour la réaction chimique et la diffusion. La cémentation en bain de sel permet un chauffage homogène et une action chimique régulière ; sa mise en œuvre est simple et son coût d'investissement est faible, mais les sels de cyanure utilisés ont des effets polluants.

a.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.

$$2CO \leftrightarrow CO_2 + C \quad CH_4 \leftrightarrow 2H_2 + C \qquad (II.1)$$

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 **[44]**.

a.4 Cémentation ionique :

Les pièces à cémenter sont placées en position de cathode à l'intérieur d'une enceinte contenant un hydrocarbure sons 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.

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 productibilité ;
- ✓ Plus basse consommation de gaz et d'énergie ;
- ✓ Absence de pollution de l'environnement ;
- ✓ Plus grande propreté et absence d'oxydation superficielle des pièces traitées ;
- ✓ Possibilité de réaliser des zones cémentées très précisément délimitées **[45]**.

II.3.2.2 Nitruration :

La nitruration consiste à faire diffuser à l'état solide de l'azote généralement depuis un milieu nitrurant gazeux (ammoniac) ou ionique (azote diatomique avec ou sans hydrogène). Les milieux nitrurant gazeux sont les plus utilisés industriellement sous ammoniac NH_3 avec ou sans dilution à l'azote. Le potentiel de nitruration est réglé par la pression partielle d'ammoniac qui se dissocie à la surface de l'acier pour donner de l'azote monoatomique qui diffusera dans la matrice ferritique **[46]**.

Dans le cas des aciers faiblement alliés, cette diffusion s'accompagne également d'une co-diffusion (ou rétrodiffusion) du carbone **[3]**.

- Durant le processus de diffusion se produit des transformations de phases (dissolution des carbures de revenu, formation de nitrures et de carbures) générant ainsi des gradients de propriétés mécaniques (augmentation de la dureté, génération de contraintes résiduelles) en surface des pièces traitées **[47]**.
- L'épaisseur de la couche de nitrure ou couche blanche et la couche de diffusion vont dépendre de différents paramètres dont les plus importants sont le temps, la

température et la composition de l'acier. Cette couche blanche peut varier entre 0 et 20 µm et la couche de diffusion jusqu'à 0.8 mm, selon les exigences de l'application.

On peut dire que si l'exécution du traitement thermique a perdu son caractère empirique, si l'on est arrivé à une technique approfondie en ce qui concerne les transformations que subissent les aciers à l'échauffement et au refroidissement, malgré tout, le choix du meilleur traitement à appliquer reste souvent une question d'expérience **[48]**.

a. Nitruration types et utilisation :

Les différents processus de nitruration peuvent être principalement différentiés selon leur source de nitrogène et alimentation en énergie. La nitruration par bain de sel, par gaz et par bombardement ionique comporte différents avantages en matière de coût d'investissement, de temps de processus, d'environnement, de sécurité et de qualité. Les propriétés de la surface nitrurée ou nitrocarburée obtenue ne dépendent pas, dans de nombreux cas, du processus de production. La profondeur de cémentation requise est déterminée par l'application du composant nitruré et peut être ajustée au moyen de la température et du temps de nitruration. Dans ce qui suit, les différents processus de nitruration sont brièvement décrits et l'application des pièces nitrurées est mentionnée .Le traitement de nitruration permet d'obtenir des microstructures stables pour des températures bien supérieures (jusqu'à 450 °C - 500 °C) avoisinant la température de traitement. Ce traitement permet également de réduire les reprises d'usinage (finition, super- finition) absolument nécessaires pour les pièces fortement sollicitées superficiellement (engrenages, pistes intégrées de roulement,...), l'absence d'opération de trempe réduisant les déformations des pièces. On distingue trois types de nitruration suivant l'état du milieu nitrure :nitruration ionique, nitruration liquide, nitruration gazeuse .

a.1 La nitruration liquide :

On utilise un bain de sels à base de cyanure CN- dont on considérablement limité la concentration (aujourd'hui quelques %). Cependant les conditions environnementales et de sécurité tendent à faire disparaitre ce procédé. On a une réaction du type :

$$2\,Na\,CN + 2\,O_2 \ldots\ldots\ldots\ldots 2\,N + Na_2CO_3 + CO \qquad \textbf{(II.2)}$$

a.2 La nitruration gazeuse :

La nitruration gazeuse fait partie des procédés de diffusion thermochimique. A des températures de traitement de 480 à 580 °C, la surface est soumise à un traitement thermochimique en présence d'azote et éventuellement de carbone. Grâce aux derniers développements des techniques de nitruration gazeuse contrôlées et de régulation en continuent du quotient de nitruration, il est possible de superviser l'ensemble du traitement et de moduler de manière ciblée la constitution et la composition de la couche de combinaison et de diffusion ainsi que la dureté **[49]**.

a.3 La nitruration ionique :

Schématiquement, elle s'effectue par décharges électriques entre une anode et les pièces qui forment la cathode. La tension est comprise entre 300 et 1000 V. L'atmosphère est à basse pression (10 à 100 Pa) et constituée d'azote et d'hydrogène. L'azote se dissocie et s'ionise. Les ions N^+ sont ainsi attirés par la cathode, leur énergie cinétique permet de chauffer les pièces, les décapent et pénètrent dans la couche superficielle. Les traitements sont ainsi plus précis et plus rapides **[50]**.

II.3.2.3 La nitrocarburation :

La nitrocarburation est la "sœur" de la nitruration qui consiste à introduire en plus du carbone dans l'atmosphère de nitruration **[51, 52]**. Ainsi, le carbone et l'azote diffusant simultanément en surface de la pièce, conduisent à la formation d'une couche de combinaison composée de carbonitrures 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 **[53, 51]**.

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 **[54-56]**, La résistance à l'usure, dépendant essentiellement de la dureté de la zone de diffusion **[57]**, est améliorée par la fine précipitation des nitrures et des carbures, dispersées de façon homogène dans la matrice ferritique **[58]**.

II.3.2.4 Carbonitruration :

La carbonitruration 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 **[59]**. 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 **[60]**.

II.3.2.5 La chromisation :

C'est la saturation en chrome de la couche superficielle des pièces de l'acier, par diffusion du chrome en milieu pulvérulent à une température supérieure à AC3, (1000 à 1050 °C). Généralement la chromisation augmente la tenue à la corrosion jusqu'à 800 °C et celle des aciers à teneur élevée en carbone (> 0.3 à 0.4 % C) (chromisation dure) augmente la dureté et la tenue à l'usure **[32]**.

II.3.2.6 La boruration :

C'est une saturation de la couche superficielle de l'acier en bore par diffusion de ce dernier en milieu pulvérulent et à une température supérieure à AC3. Le bore permet d'obtenir des borures, de type FeB ou Fe_2B, qui assurent une dureté très élevée (1800 à 2000 HV), une bonne tenue à l'usure et à la corrosion **[32]**.

II.3.2.7 La siliciuration :

C'est la saturation en silicium de la surface de l'acier, ce qui donne à l'acier une bonne tenue à la corrosion, vis à vis des différents milieux, la siliciuration accroît quelque peu l'usure. L'opération s'effectue dans un mélange pulvérulent (75 % de ferro-silicium + 20 % de chamotte et le reste H_4Cl), ou le plus souvent, dans un milieu gazeux ($SiCl_4$), obtenue en faisant passer du chlore par un espace réactif contenant les pièces à traiter et du ferro-silicium ou du carbure de silicium **[32]**.

II.3.2.8 Sulfinisation :

La sulfinisation ou cémentation par le souffre communique à la surface traitée une haute résistance à l'usure, sans accroissement de la dureté. Elle s'applique à tous les matériaux ferreux.

Les pièces sont chauffées à 570 °C pendant trois heures dans un creuset de cyanure et de sels dérivés du souffre, le refroidissement se fait dans l'eau à 80 °C.

On obtient une couche d'environ 0.3 mm, il faut prévoir 0.02 à 0.03 mm de surépaisseur pour la rectification. Une bonne résistance aux frottements résulte de la porosité de la couche traitée (réserve de graissage). Ce traitement est surtout utilisé pour les pièces de frottements servant de contact mobile : les patins, les coussinets, les glissières de machines-outils **[28]**.

II.3.2.9 Sulfonitruration :

Ce traitement augmente la résistance à l'usure en améliorant considérablement le frottement par autolubrification. La profondeur traitée est de 0.2 à 0.5 mm. La surface de la pièce est enrichie en souffre par chauffage vers 750 °C. Tous les matériaux ferreux peuvent être sulfonitrurés. Un autre traitement à basse température s'effectue par électrolyse en bain de sels à 190 °C sur des aciers et sur des fontes. La pénétration est moins grande que pour la sulfonitruration mais la température plus basse n'occasionne pas de revenu parasite. Aucune reprise d'usinage ne doit être faite après le traitement. Ce traitement ne peut pas s'appliquer sur des aciers contenant plus de 12 % de chrome. Les aciers cémentés trempés, les aciers et les fontes trempés peuvent recevoir ce traitement **[61]**.

II.3.2.10 La cyanuration :

La cyanuration est un procédé ayant pour but la saturation simultanée de la surface de l'acier en carbone et en azote afin d'augmenter la dureté et la tenue à l'usure. Les aciers

destinés à subir un tel traitement contiennent de 0.2 à 0.4 % C. La cyanuration réalisée à des températures de 820 ou 860 °C, dans des bains contenant 20 à 25 % NaCN, 25 à 50 % NaCl et 25 à 50 % Na_2CO_3, est destinée pour obtenir une couche de faible épaisseur (0.15 à 0.35 mm). La durée de l'opération varie en fonction de l'épaisseur de la couche à obtenir est de 30 à 90 mm. Le carbone atomique et l'azote dégagés selon les réactions ci-dessous, diffusent dans l'acier.

$$\mathbf{2\ NaCN + O_2 \rightarrow\ 2\ NaCNO}$$

$$\mathbf{2\ NaCNO + O_2 \rightarrow Na_2CO_3 + CO + 2\ N} \qquad \mathbf{(II.3)}$$

$$\mathbf{2\ CO \rightarrow CO_2 + C_{at}}$$

Pour obtenir une couche plus épaisse (0.5 à 2 mm), l'opération se déroule dans un bain différent composé de NaCN, $BaCl_2$ et NaCl. La cyanuration est très employée dans l'industrie automobile et applicable aux petites pièces, telles que les pignons de commande de la pompe à huile, les compteurs de vitesse, les axes de ressort de la suspension arrière, les vis sans fin du volant, les petits arbres, les écrous etc. L'inconvénient de la cyanuration est le prix élevé et la nocivité des cyanures, ainsi que la nécessité imposée de prendre des mesures de protection spéciales **[32]**.

Chapitre III

La corrosion et les essais mécaniques

Partie A : La corrosion

III.1 INTRODUCTION

Comme tous les matériaux de construction, l'acier tend à se dégrader superficiellement lorsqu'il est soumis à des milieux corrosifs comme le sol, l'air et le milieu marin. La corrosion est la détérioration des matériaux par interaction physico-chimique avec leur environnement, entraînant des modifications de propriétés du métal souvent accompagnées d'une dégradation fonctionnelle de ce dernier (altération de ses propriétés mécaniques, électriques, etc.). Les mécanismes mis en jeu sont divers et conduisent à des formes différentes de corrosion **[62, 63]**. L'importance considérable de la corrosion dans la vie quotidienne (domestique ou industrielle) n'est plus à démontrer. En effet, ce phénomène touche pratiquement toutes les réalisations de l'ingénieur, des plus grandes au plus petites : production de l'énergie, construction, transport, secteur médical, l'électronique, etc. Dans les pays industrialisés les conséquences de la corrosion ne résident pas seulement dans le coût économique (gaspillage de matière première, énergie et temps) mais également dans les accidents que peut provoquer (sécurité public en jeu) ainsi que le mauvais impact sur l'environnement **[64]**.

III.2 GÉNÉRALITÉS SUR LE PHÉNOMÈNE DE CORROSION

III.2.1 Définition de la corrosion :

La corrosion traduit la réactivité de la plupart des matériaux industriels vis-à-vis de l'environnement au contact desquels ils sont places au cours de leur emploi. La corrosion affecte tous les métaux ainsi que les polymères et céramiques. Elle résulte d'interactions chimiques et/ou physiques entre le matériau et son environnement.

La corrosion est une dégradation du matériau ou de ses propriétés par réaction chimique avec 1'environnement **[65]**. Cette définition admet que la corrosion est un phénomène nuisible : Elle détruit le matériau ou réduit ses propriétés, le rendant inutilisable pour une application prévue. Parfois, la corrosion est un phénomène bienvenu, voire souhaité. Elle détruit et élimine un grand nombre d'objets abandonnés dans la nature. Certains procédés industriels font également appel à la corrosion. Par exemple 1'anodisation de 1'aluminium est une oxydation de la surface du métal pour former un film d'oxyde décoratif qui protège de la corrosion atmosphérique.

La corrosion métallique est le phénomène suivant lequel les métaux et alliages ont tendance, sous l'action de réactifs chimiques ou d'agents atmosphériques, à retourner vers leur état originel d'oxyde, de sulfure, de carbonate ou de tout autre sel plus stable dans le milieu ambiant **[66]**. La corrosion d'un métal ou d'un alliage ; pouvant être de différentes formes : uniforme, localisée, etc..., peut se développer selon différents processus, qui caractérisent chacun un type de corrosion. On peut distinguer trois types de corrosion : chimique**,** corrosion électrochimique ou corrosion bactérienne.

III.2.2 Importance de la corrosion :

L'importance de l'étude de la corrosion est double.

Le premier est économique, elle concerne de nombreuses installations : tubes, bacs de stockage, échangeurs de chaleur, ….etc. Dans l'impact de la corrosion on distingue les pertes directes et les pertes indirectes, que nous allons examiner

- ✓ La seconde est la conservation appliquée premièrement aux ressources de métal dont les réserves mondiales sont limitées et dont la destruction implique des pertes correspondantes d'énergie, et de réserves d'eau accompagnant la production et la fabrication des structures métalliques.

- ❖ **Pertes directes** : Les pertes directes prennent en compte le prix des pièces à changer, la main d'œuvre, le coût de l'entretien et du contrôle, le prix des revêtements, inhibiteurs…...etc.

- ❖ **Pertes de produits** : À la suite de perforation des installations, on peut assister à des pertes d'eau, d'huile, de gaz et d'autres produits.

- ❖ **Pertes de production** : Diminution d'un transfert de masse ou de chaleur, par suite de l'accumulation de produits de corrosion à l'intérieur des canalisations.

- ❖ **Pertes par contamination des produits** : Dans une unité de production de détergents le passage d'une petite quantité de Cu provenant d'une faible corrosion de tubes en cuivre peut endommager un bain entier de savon.

- ❖ **Pertes indirectes** : Elles sont très délicates à évaluer ; elles sont relatives au manque à gagner, aux pertes de production et de productivité **[67]**.

III.2.3 Cause de la corrosion :

Dans la nature tous les métaux, à l'exception des métaux nobles tels que l'or (Au) et le platine (Pt), se présentent dans la nature sous forme d'oxydes et de sulfures métalliques. Cet état de point de vue thermodynamique est très stable. Cependant, l'énergie considérable fournit pour l'obtention des métaux de ces minerais fait que les métaux obtenus se trouvent dans un niveau énergétique élevé, ils sont thermodynamiquement instables. C'est pour cette raison que tous les métaux usuels ont tendance à retourner à leur état initial en énergie, cela se fait à l'aide du milieu environnant **[64]**.

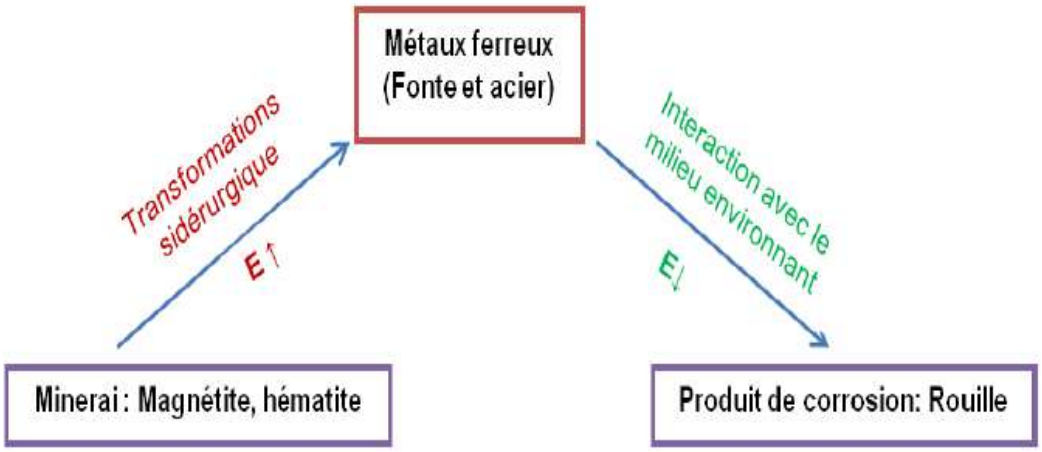


Figure III.1 : Schéma traduisant la cause de la corrosion atmosphérique du fer **[64]**.

III.3 DIFFÉRENTES MODES DE CORROSION

III.3.1 Corrosion chimique:

C'est une réaction hétérogène entre une phase solide (le métal) et une phase liquide ou gazeuse. Lorsque le réactif est gazeux, la corrosion est dite sèche. Si le réactif est liquide, il est en général accompagné d'une corrosion électrochimique. L'attaque d'un métal par un autre métal liquide, par un sel fondu ou par une solution non aqueuse peut être considérée comme une corrosion chimique. Donc on peut dire que la corrosion chimique est l'attaque du métal par son environnement. Elle est généralement rencontrée dans les industries produisant ou utilisant les acides **[68]**.

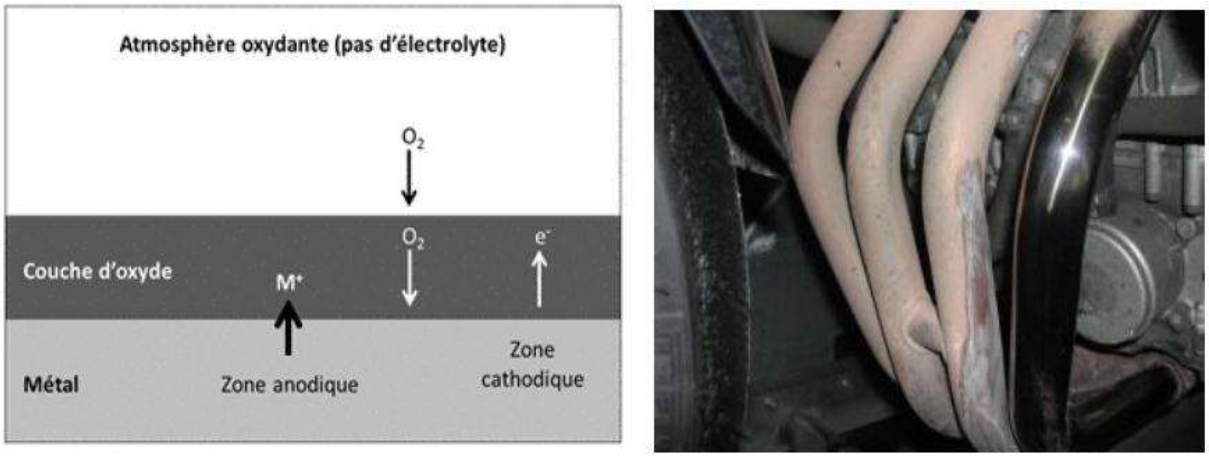


Figure III.2 : Mécanisme de la corrosion atmosphérique : exemple de la corrosion d'un collecteur d'échappement **[64]**.

III.3.2 Corrosion bactérienne :

La corrosion bactérienne est due à la présence de colonies importantes de bactéries dites anaérobiques qui se développent dans les eaux contenant des sulfates. Elles consomment donc

ces sulfates et les rejettent sous la forme réduite de sulfure H_2S. La pollution locale du milieu corrosif en H_2S et son effet connu sur la corrosion, suffisent à expliquer les dommages provoqués par les bactéries **[69]**. La lutte contre cette forme de corrosion est à l'heure actuelle essentiellement d'ordre biologique, elle est réalisée par injection de produits bactéricides dans les milieux corrosifs **[70]**.

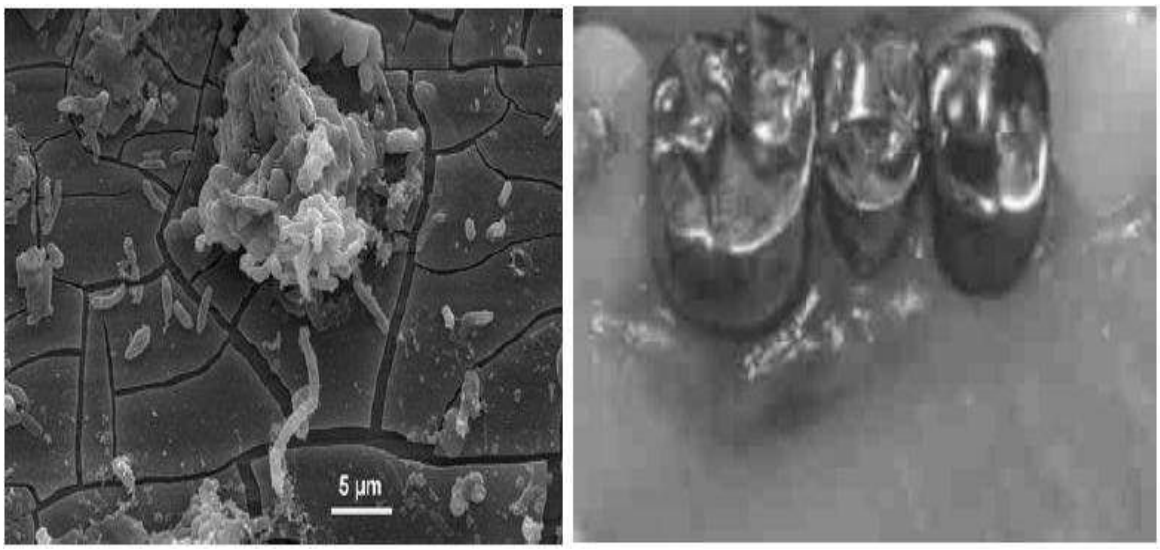


Figure III.3 : Exemple de bactéries responsable de la corrosion bactérienne et corrosion dentaire **[64]**.

III.3.3 Corrosion électrochimique :

La corrosion électrochimique, appelée encore corrosion humide, est le mode de corrosion le plus important et le plus fréquent. Elle réside essentiellement dans l'oxydation du métal sous forme d'ions ou d'oxydes. La corrosion électrochimique fait appelle à la fois à une réaction chimique et un transfert de charges électriques (circulation d'un courant). Cette corrosion nécessite la présence d'un agent réducteur (H_2O, O_2, H_2, etc.), sans celui-ci la corrosion du métal ne peut se produire. La corrosion électrochimique d'un matériau correspond à une réaction d'oxydoréduction, dont :

- la réaction d'oxydation d'un métal est appelée réaction «anodique» ;
- la réaction de réduction d'un agent oxydant est appelée réaction «cathodique».

Dans la corrosion électrochimique, la réaction cathodique et la réaction anodique sont indissociables **[64]**.

III.4 LES FORMES DE CORROSION

Une pipe peu subir plusieurs formes de corrosion. La figure III.4 montre la répartition des différentes formes de corrosion pour les aciers inoxydables **[70]**.

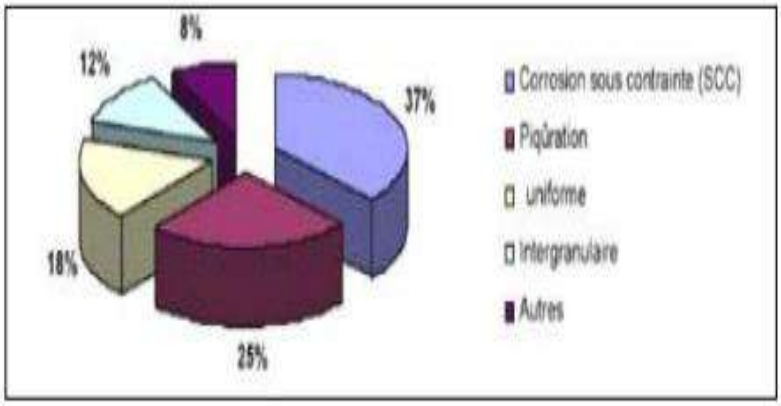


Figure III.4 : Distribution des formes de corrosion pour les aciers inoxydables dans divers secteur industriels **[70]**.

III.4.1 La corrosion uniforme :

C'est le phénomène de corrosion le plus simple et le mieux connu. II survient dans le cas d'un environnement homogène (absence de gradient de température, de pression ou de concentration le long de l'interface) et lorsque le métal lui-même présente vis à vis de cet environnement un comportement suffisamment homogène. Cette homogénéité de comportement peut être le fait soit d'une homogénéité intrinsèque du matériau due à l'absence d'inclusions ou de défauts structuraux, soit au non sélectivité de l'environnement vis à vis de ces défauts. La vitesse de corrosion exprimée en tonnes de perte de masse par unité de surface et par unité de temps (après desquamation dans le cas d'un oxyde adhérent) ou par l'épaisseur de métal corrodé en fonction du temps. Ces deux grandeurs sont bien évidemment reliées par la masse volumique du matériau ρ considéré **[69]**.

Tableau III.1: Classification de la tenue en corrosion en fonction du taux de corrosion **[69]**.

Taux de corrosion	Tenue
<0.05 mm/an	Excellente
0.05 à 0.130 mm/an	Bonne
0.130 à 1.25 mm/an	Satisfaisante
>1.25mm/an	Non satisfaisante

Sa vitesse est généralement facile à prévoir avec une précision suffisante pour déterminer la durée de vie probable d'un appareil.

$$\text{Taux de corrosion en (mm/an)} = \frac{\text{masse perdne(mg)} * 87.6}{\text{surface(mm}^2\text{)} * \text{densité} \left(\frac{g}{cm3}\right) \text{temps} * \text{(heures)}} \qquad (III.1)$$

III.4.2 La corrosion localisée (zonale) :

Cette forme de corrosion représente un phénomène particulièrement dangereux puisque les produits de la corrosion ne sont pas nécessairement visibles et de plus, la perte de poids n'est pas toujours appréciable.

III.4.2.1 La corrosion par piqûres :

La corrosion par piqûres est la forme de corrosion localisée la plus souvent rencontrée. De l'industrie maritime et pétrolière (navire, pipeline,…) en passant par la construction et le transport (câbles de suspension, canalisations, citernes,…). Cette forme de corrosion est caractérisée par une attaque très localisée en certains points de la surface et provoque des piqûres. Elle est produite par certains anions, notamment les chlorures, sur les métaux protégés par un film d'oxyde mince. La corrosion par piqûres affecte en particulier les métaux ou les alliages passivés (aciers inoxydables, les alliages d'aluminium, etc.).



Figure III.5 : la corrosion par piqûre **[71]**.

Ce type de corrosion comprend au moins deux étapes :

- ✓ Une étape d'amorçage qui correspond à une rupture du film protecteur (film passif, dépôt formé par des inhibiteurs).

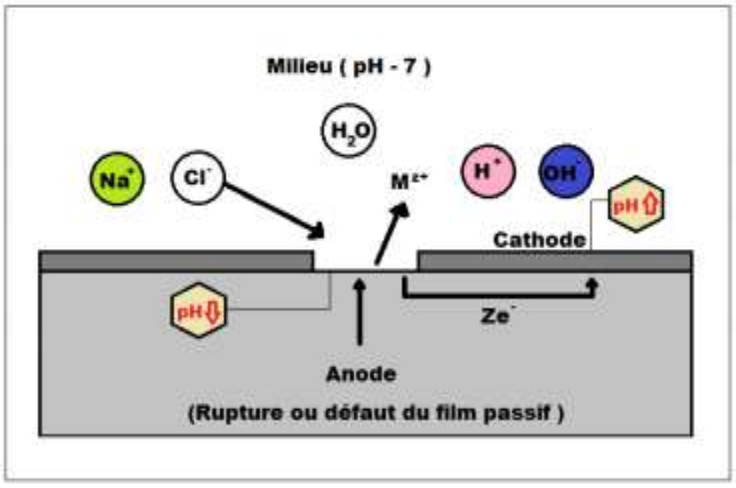


Figure III.6 : l'étape d'amorçage **[72]**.

- ✓ Une étape de propagation correspondante à une croissance en largeur et en profondeur de la zone attaquée. L'hydrolyse des ions fer libérée conduit à une acidification de la solution au niveau de la piqûre **[72]**.

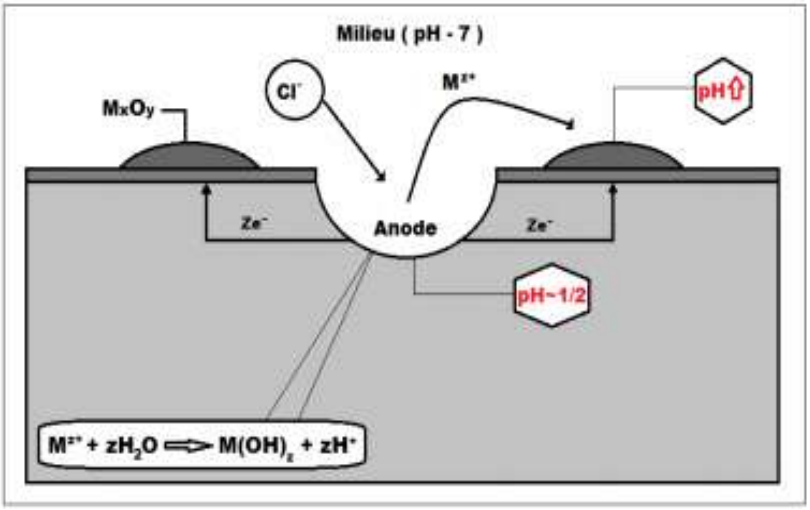


Figure III.7 : l'étape de propagation **[72]**.

III.4.2.2 Corrosion caverneuse :

Elle siège entre deux surfaces fermées ou dans des zones très étroites ou l'échange d'oxygène est impossible, avec des solutions stagnantes. En premier lieu il y a une diminution du pH. Puis, la couche passive de l'alliage se dissout et le processus de corrosion s'accélère **[73]**.

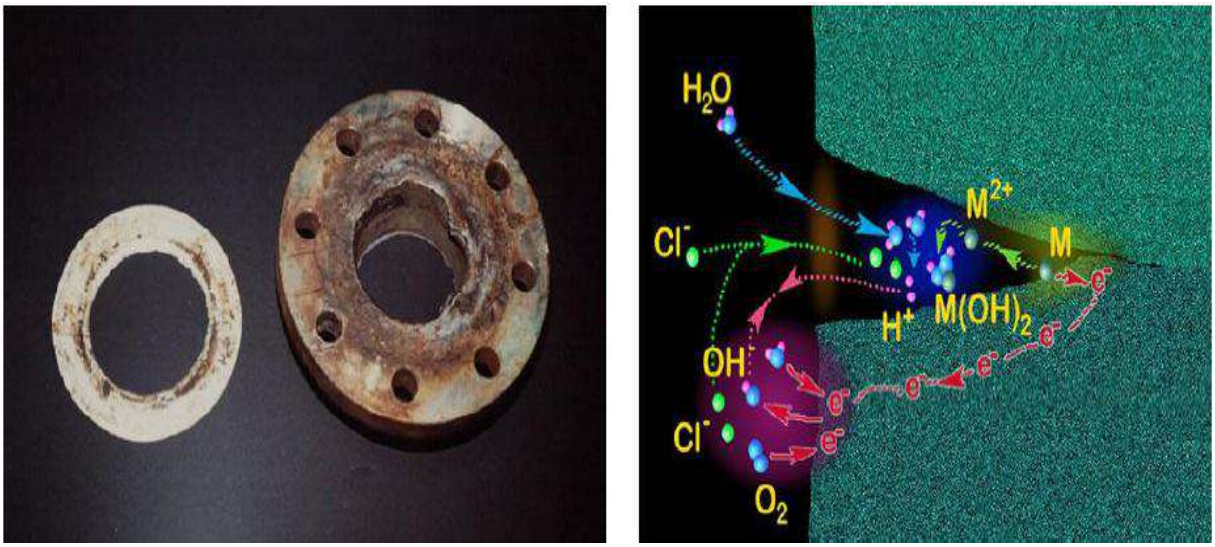


Figure III.8 : Aspect et mécanisme d'attaque de la corrosion caverneuse **[64]**.

III.4.2.3 Corrosion galvanique :

C'est, en générale, lorsque deux métaux différents sont en contact ou reliés électriquement dans un milieu corrosif aqueux. La corrosion s'établit sur le métal le moins noble et s'arrête sur le métal le plus noble. Les sites anodiques et cathodiques sont distincts. Mais elle se manifeste aussi lorsque les deux parties d'un objet métallique d'un même métal ne sont plus au même potentiel à cause d'une hétérogénéité ou à cause d'un âge différent **[74]**.

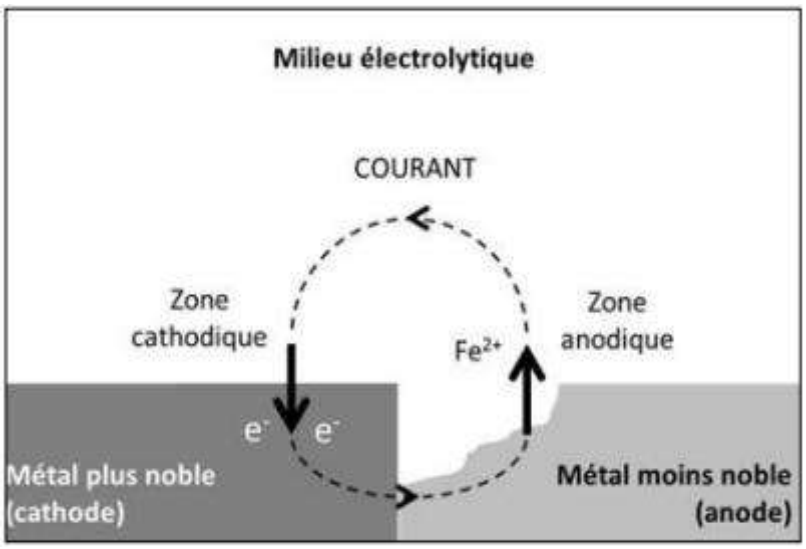


Figure III.9 : corrosion galvanique **[74]**.

III.4.2.4 Corrosion inter-granulaire :

Ce type de corrosion se manifeste aux joints de grains. Ce phénomène peut provoquer des fissures qui affaiblissent les caractéristiques mécaniques du métal. Certains aciers inoxydables et alliages (fer, chrome, nickel) sont très affectés par ce mode de corrosion qui réduit de façon catastrophique leur résistance mécanique. Ce type de corrosion est un phénomène microscopique (invisible dans les étapes initiales) **[72]**.

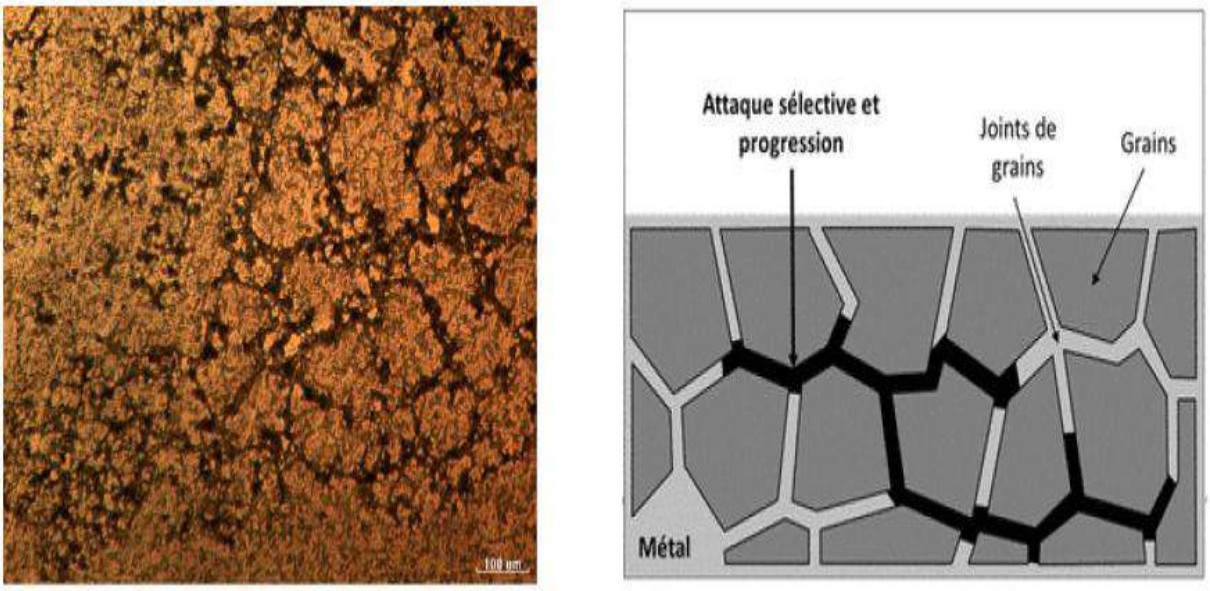


Figure III.10 : Corrosion au niveau des joints de grains d'une structure métallique **[64]**.

III.4.2.5 Corrosion sélective :

Est l'oxydation d'un composant de l'alliage, conduisant à la formation d'une structure métallique poreuse **[75]**.

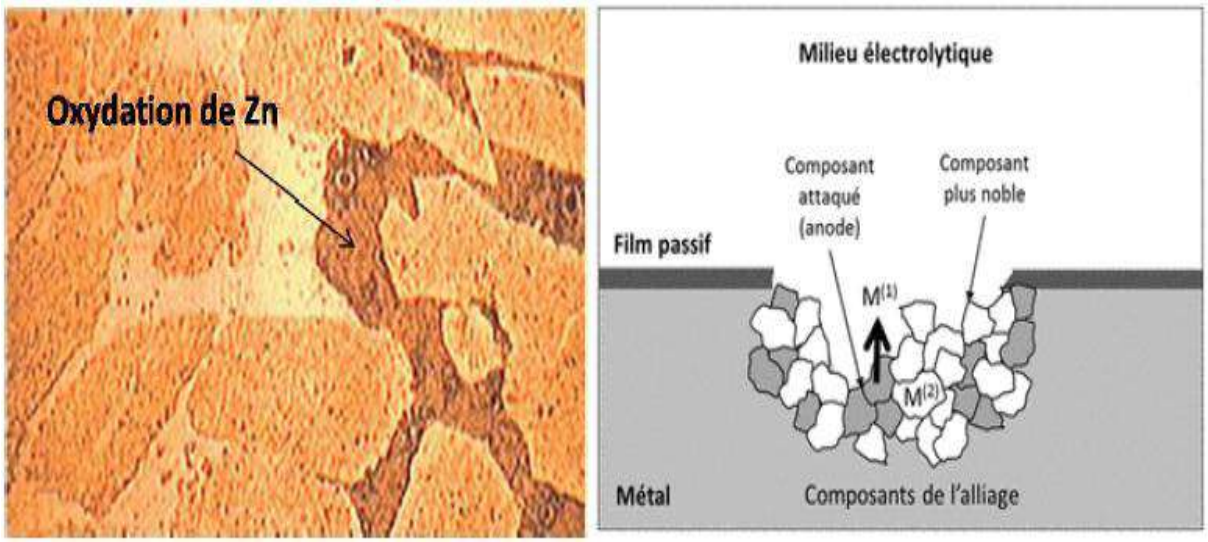


Figure III.11 : Mécanisme de la corrosion sélective d'un laiton (alliage cuivre-zinc) **[64]**.

III.4.2.6 Corrosion par érosion, abrasion, cavitation :

Cette corrosion est produite par le mouvement relatif d'un fluide corrosif et d'une surface métallique. On a apparition de sillons, vallées, surfaces ondulées, trous… ayant un aspect directionnel caractérisé (queue de comète, sabot d'un cheval…) **[73].** La plupart des métaux et alliages y sont sensibles, en particulier les métaux mous (cuivre, plomb...) ou ceux dont la résistance à la corrosion dépend de l'existence d'un film superficiel (aluminium, aciers inoxydables). Les phénomènes de turbulence peuvent détruire les films protecteurs et entraîner des vitesses de corrosion très élevées sur des matériaux, par ailleurs, très résistants en conditions statiques. Les moyens pour réduire cette corrosion sont de choisir un matériau plus résistant, d'adapter le dessin de l'installation ou encore d'agir sur le milieu (teneur en oxygène, température, inhibiteurs, etc.) **[76]**.



Figure III.12 : Corrosion-érosion d'un tube en cuivre véhiculant de l'eau **[76]**.



Figure III.13 : Corrosion cavitation d'une aube de pompe en alliage de nickel Hastelloy C276 en milieu acide chlorhydrique **[76]**.

III.4.2.7 Corrosion sous contraintes :

La corrosion sous contrainte est une fissuration du métal qui résulte de l'action commune d'une contrainte mécanique et d'une réaction électrochimique. Le processus se déroule en deux phases successives :

- une phase d'initiation qui correspond à la formation d'un défaut local en surface (piqûre) ;
- une phase de propagation dans laquelle la piqûre devient fissure et progresse jusqu'à la rupture.

Ce processus dépend essentiellement de l'intensité des contraintes imposées, de la nature du matériau (composition chimique et structure), de l'état de surface et du milieu corrosif et de la température **[72]**.

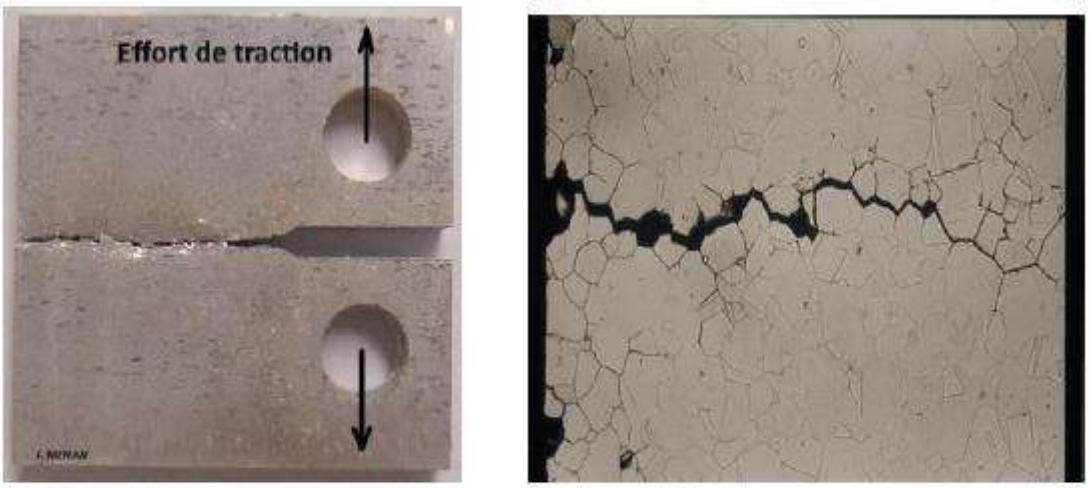


Figure III.14 : La corrosion sous contrainte **[64]**.

III.5 LES FACTEURS DE LA CORROSION

Les phénomènes de la corrosion dépendent d'un grand nombre de facteurs et ils peuvent être classés en quatre groupes principaux :

III.5.1 Facteurs du milieu corrosif :

- ✓ Concentration du réactif ;
- ✓ Teneur en oxygène ;
- ✓ pH du milieu ;
- ✓ Température ;
- ✓ Pression.

III.5.2 Facteurs métallurgiques :

- ✓ Composition de l'alliage ;
- ✓ Procédés d'élaboration ;
- ✓ Impureté ;
- ✓ Traitement thermique ;
- ✓ Traitement mécanique.

III.5.3 Facteurs définissant les conditions d'emploi :

- ✓ Etat de surface ;
- ✓ Forme des pièces ;
- ✓ Emploi d'inhibiteur ;
- ✓ Procédés d'assemblage.

III.5.4 Facteurs dépendant du temps :

- ✓ Vieillissement ;
- ✓ Tensions mécaniques ;
- ✓ Modification des revêtements protecteurs **[69, 77]**.

III.6 POTENTIEL DE CORROSION (DISSOLUTION)

C'est le potentiel que prend un métal par rapport à un électrolyte donné. Il n'est pas caractéristique du métal et dépend des conditions expérimentales, en particulier de la nature ; de la concentration et de la température du réactif; mais aussi de l'état de surface du métal La réaction électrochimique n'est plus réversible puisque la nature de l'interface métal- solution varie avec le temps. Cependant, le potentiel tend vers une valeur stationnaire pour une durée d'immersion du métal qui dépend de sa nature et de celle du réactif **[78]**.

III.7 LES PARAMÈTRES INFLUENÇANT SUR LA VITESSE DE CORROSION

La vitesse de corrosion d'un métal dans un milieu corrosif dépend à la fois des caractéristiques de deux paramètres la température et le pH, ces deux paramètres ont une influence directe sur la vitesse de corrosion, et une influence indirecte à travers la phase aqueuse (eau de condensation, eau de production). Les conditions de flux, le film formé à la surface du métal et la pression ont une influence directe à travers la pression partielle du **[79, 80]**.

III.7.1 Effet de la température :

Généralement, l'augmentation de la température accélère les phénomènes de corrosion, car elle diminue les domaines de stabilité des métaux et accélère la cinétique de réaction et de transport de charge. L'importance de son influence varie en fonction du milieu corrosif dans lequel se trouve le matériau **[81]**.

III.7.2 Effet de l'acidité :

La susceptibilité du matériau à la corrosion est en fonction du pH de l'électrolyte. Une forte concentration en protons dans la solution augmente l'agressivité du milieu, ce qui modifié les équilibres des réactions chimiques et électrochimiques. La corrosion augmente avec la diminution du pH du milieu **[82]**.

III.7.3 Régime hydrodynamique :

Le transport des réactifs vers l'interface et des produits de réaction vers l'électrolyte est de nature à modifier la cinétique des réactions électrochimiques en changeant la concentration des espèces et donc le potentiel d'équilibre. Les conditions hydrodynamiques fixent les vitesses de réactions en contrôlant le transport de matière par l'établissement d'une couche limite de diffusion des espèces, appelée couche de Nernst, ce qui explique l'importance de l'agitation de l'électrolyte lors des essais de corrosion en laboratoire **[80]**.

III.7.4. La salinité :

Les chlorures sont des ions agressifs, souvent à l'origine de corrosions localisées, leur présence en solution s'accompagne d'effets complémentaires, d'une part, leur concentration locale induit une acidification du milieu et d'autre part, la salinité a une influence sur la conductivité du milieu aqueux **[81]**.

Partie B : les essais mécaniques

III.8 INTRODUCTION

Les matériaux métalliques constituent la base du développement technologique. Ceci est également valable pour la construction des outils, des machines, des installations et des automobiles que pour l'aéronautique et l'aérospatial et la médecine. Les alliages à base de fer, aciers et fontes, constituent en masse près de 90 % de la production mondiale de matériaux métalliques **[83]**.

III.9 INTÉRÊT DES ESSAIS MÉCANIQUES

Pendant plus longtemps, l'empirisme et l'habitude suffisaient pour mener à bien les opérations de mise en œuvre des matériaux tels que : le laminage, le filage, l'extrusion, le forgeage, l'usinage, etc. Or, l'augmentation de la dimension des demi-produits, les exigences accrues de qualité et de précision, les économies d'énergie et même la fiabilité du produit fini à réaliser concourent à rendre nécessaires les calculs détaillés de ces diverses opérations.

La fabrication des diverses structures mécaniques et le rôle fonctionnel que joue chaque pièces dans son assemblage exige en premier lieu de connaitre le comportement mécanique du matériau vis-à-vis les sollicitations qui sont imposées par le milieu extérieur. En fait connaître les propriétés mécaniques d'un matériau, c'est un indice technique indispensable pour les ingénieurs qui s'occupent des calculs des structures à chaque étape de mise en œuvre des matériaux. Il est évident que ces calculs ne peuvent être menés à bien sans une connaissance précise des lois de comportement mécanique des matériaux souvent influencées par d'autres phénomènes extérieurs telles que : la vitesse de sollicitation, la température, ou même les interactions entre les propriétés mécaniques et les évolutions de la structure microscopique.

Quoique plusieurs modèles et des lois de comportement mécanique ont vu le jour ces derniers temps **[84-86]** ; la validation de ces modèles ne peut être signée qu'une fois les résultats trouvées seront en bonne corrélation avec les valeurs expérimentales. C'est à dire que les essais mécaniques qui fournissent directement la réponse des matériaux face à une sollicitation donnée, sont d'un grand intérêt pour la caractérisation de ceux-ci. Nous définissons dans le cadre de ce travail, trois essais fondamentaux (dureté, traction, ténacité) qui intéressent d'une voie directe ou indirecte la résistance à la rupture du matériau et caractérisent sa consolidation.

III.10 ESSAIS DE DURETÉ

La détermination des propriétés mécaniques des couches mince et de la surface des matériaux est très importante. L'essai de dureté consiste à mesurer l'effet occasionné par le contact, sons une pression donnée, d'un matériau de géométrie définie sur la surface d'un échantillon **[87]**.

Plusieurs domaines de dureté peuvent être définis en fonction de la charge appliquée (fig. III.15) : Bückle **[88]** a introduit en 1965 la notion de la macro-dureté pour des charges supérieur à 3 ÷ 5 kgf et celle de micro-dureté pour des charges inferieures à 100 ÷ 200 gf. Le domaine intermédiaire étant celui de la dureté sous charge réduite. Dans les années 80, est apparu le domaine de nano dureté qui correspond à des charges appliquées inférieures à 1gf.

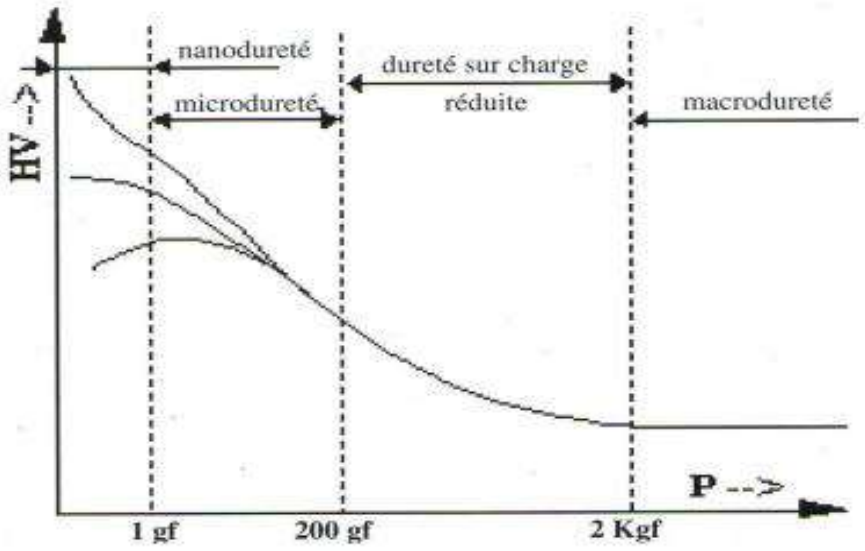


Figure III.15 : Définition des différents domaines de dureté **[88]**.

III.10.1 Type d'essai de dureté :

Il s'agit des essais les plus couramment pratiqués. Le principe est toujours le même : un pénétrateur indéformable de forme géométrique précise, pénètre dans le métal sous l'action d'une charge constante et laisse une empreinte dan le matériau à tester. On mesure les dimensions de l'empreinte et on en déduit la dureté.

Dans une première approche, On peut relier de manière assez simple la limite d'élasticité *Re* avec la surface de l'empreinte : plus l'objet pénétrant s'enfonce, plus la surface S de pression s'agrandit, donc la force F étant constante, plus la contrainte diminue. Lorsque la contrainte n'est pas suffisante pour déformer plastiquement le solide à tester, l'objet pénétrant s'arrête et la dureté est calculée à partir du rapport de la force appliquée sur la surface indentée (relation III.2) **[83]**.

$$R_E = \frac{F}{S} \qquad \text{(III.2)}$$

III.10.2 Les différentes échelles de dureté :

Il existe une grande variété d'essais de dureté possible:

- Dureté Vickers (HV), qui a l'échelle la plus large ;
- Dureté Brinell (HB) ;
- Dureté Knoop (HK), pour des mesures de petite surface ;
- Dureté Janka, pour le bois ;
- Dureté Rockwell (HR), principalement aux États-Unis d'Amérique ;
- Dureté Shore, surtout pour les polymères ;
- Dureté Barcol, surtout pour les matériaux composites **[87]**.

Le tableau III.2 regroupe les principales directives pour une bonne réalisation d'un essai de dureté par indentation **[89, 90]**.

Tableau III.2: Comparaison entre les méthodes par pénétration.

Type d'essai	Pénétration de la pièce	Utilisation principale	Commentaire
Brinell	La surface de la pièce ne nécessite pas une préparation extrêmement soignée (tournage ou meulage).	En atelier	La méthode ayant la mise en œuvre la plus facile des trois méthodes
Rockwel	Bonne préparation de surface (au papier de verre par exemple). la présence de rayures donne des valeurs sous estimée	En atelier	L'essai est simple et rapide Convient pour des duretés plus élevées (supérieures à 400 Brinell). Elle est plutôt utilisée pour les petites pièces (il est nécessaire que la pièce soit parfaitement stable). La dureté Rockwell présente l'inconvénient d'avoir une dispersion relativement importante.
Vickers	Etat de surface très soignée (on obtient de petites empreintes, les présences d'irrégularité gène le lecteur)	En laboratoire	C'est un essai assez polyvalent qui convient aux matériaux tendres ou très durs. Il est utilisé généralement pour des pièces des petites dimensions. La lecture de longueur de diagonale est généralement lente.

Chapitre IV

Matériaux et dispositifs expérimentaux

IV.1 BUT ET OBJECTIF DE TRAVAIL

Le but est de mettre en évidence l'effet des traitements thermiques particulièrement la trempe directe dans l'huile des moteurs usagés d'un acier pour la construction mécanique.

L'objectif est de déterminer :

- Les conditions opératoires de ce traitement (température et durée de maintien) ;
- L'aptitude du bain de trempe choisi (huile ''moteur'' usagée et prétraitée) à etre utilisée en substitution de bains classiques de trempe.

IV.2 MATÉRIAUX ÉTUDIÉ

Dans ce travail nous avons utilisé l'acier spécial de construction mécanique pour les coussinets de bielle de composition chimique standard (AFNOR55S7) :

(0.52-0.60) % C + (1.50-1.80) % Si + (0.70-1.00) % Mn.

Selon la norme européenne NF 1002, un acier spécial est, la plupart du temps destiné à un traitement thermique (trempe et revenu, trempe superficielle…). Sa composition, ajustée dans le cadre d'une élaboration particulière, lui confère une bonne propriété inclusionnaire des facilités de façonnage et des aptitudes particulières à l'emploi .Il peut être allié ou non. **[91]**.

Parmi les aciers spéciaux se trouvent les aciers de construction mécanique.

Le traitement thermique finale donne à ces aciers des propriétés d'emploi très performantes, tandis qu'un ou plusieurs traitement thermique intermédiaire les mettent en œuvre (par formage, usinage, etc.) dans les conditions les moins pénalisantes et les plus économiques.

Les mécaniciens mettent à profit la remarquable facilité d'adaptation des aciers, les traitements thermiques permettent d'obtenir des propriétés mécaniques très variés en fonction des états structuraux. De plus, il est possible obtenir des propriétés très particulières sur la zone de surface en acier par une modification locale de la composition chimique. Ce sont toutes les solutions apportées par traitement thermochimiques, lesquels justifient parfois, pour une meilleure exploitation, l'utilisation de nuances d'acier spécifiques

En utilisant les traitements thermiques industriels de durcissement pour acier spécial de construction, on recherche un judicieux compromis entre les caractéristiques de résistance et celles de ductilité, pour assurer simultanément la performance des pièces et sécurité en service.

Les caractéristiques de résistance sont de la capacité de durcissement de l'acier tandis que le niveau des caractéristiques de ductilité dépend :

- d'une part, de l'habituelle compétition entre résistance et ductilité ; quand l'une augmente, l'autre diminue ;
- d'autre part, de divers facteurs métallurgiques tels que l'état inclusionnaire et la grosseur de grain **[92]**.

IV.3 CONDITIONS GÉNÉRALES D'EXPÉRIMENTATION

IV.3.1 Choix de la température de trempe :

Les aciers hypoeutectoïdes doivent être chauffés de 30 °C à 50 °C au dessus de AC_3. Selon le diagramme de la température en fonction de la teneur en carbone on peut définir l'intervalle de la température de chauffage, à partir d'une projection 0.6 % C sur la phase d'austénisation, on obtient la température de chauffage égale 760 °C.

Un acier à structure initiale (perlite + ferrite) donne alors une structure austénitique qui se transforme en martensite lorsqu'on refroidit à une vitesse plus grande que la vitesse critique de la trempe **[32]**.

Pour de nombreux aciers, pou obtenir le titre d'alliage nécessaire, la température de chauffage pour trempe dépasse sensiblement les points critique ; ceci est du à une faible dissolution des carbures contenant les éléments d'alliage nécessaire pou assurer le degré d'alliage requis l'austénite. Dans de nombreux cas, cette augmentation de la température n'entraîne pas de grossissement perceptible du grain, car les carbures non dissous ralentissement la croissance du grain austénitique.

Par exemple, le chauffe par trempe des aciers inoxydables à teneur chrome élevée (11 à 14 % Cr) jusqu'à 900 °C (un peu au dessous de AC_3) achève la transformation $\alpha \leftrightarrow \gamma$, mais la structure garde des carbures en quantique. C'est pourquoi dissoudre les carbures de la forme $M_{23}C_6$ et augmenter la teneur en élément d'alliage de l'austénite, ces aciers sont trempés à des températures dépassent AC_3 de (150 à 250 °C).

L'augmentation de la température de chauffe pour trempe (ou augmentation de séjour à cette température) entraîne la dissolution des carbures, le grossissement du grain et l'homogénéisation de l'austénite.

L'austénite surfusionnée se trouve aussi stabilisée surtout dans l'intervalle de température de la transformation perlitique, la vitesse critique de trempe diminue et la pénétration de trempe de l'acier s'améliore **[32]**. Pourtant, lorsqu'on dépasse trop la température de trempe, on augmente la quantité d'austénite résiduelle, ce qui dégrade la dureté de l'acier, fait grossir fortement le grain et accroît la déformation des pièces soumises au traitement **[93]**.

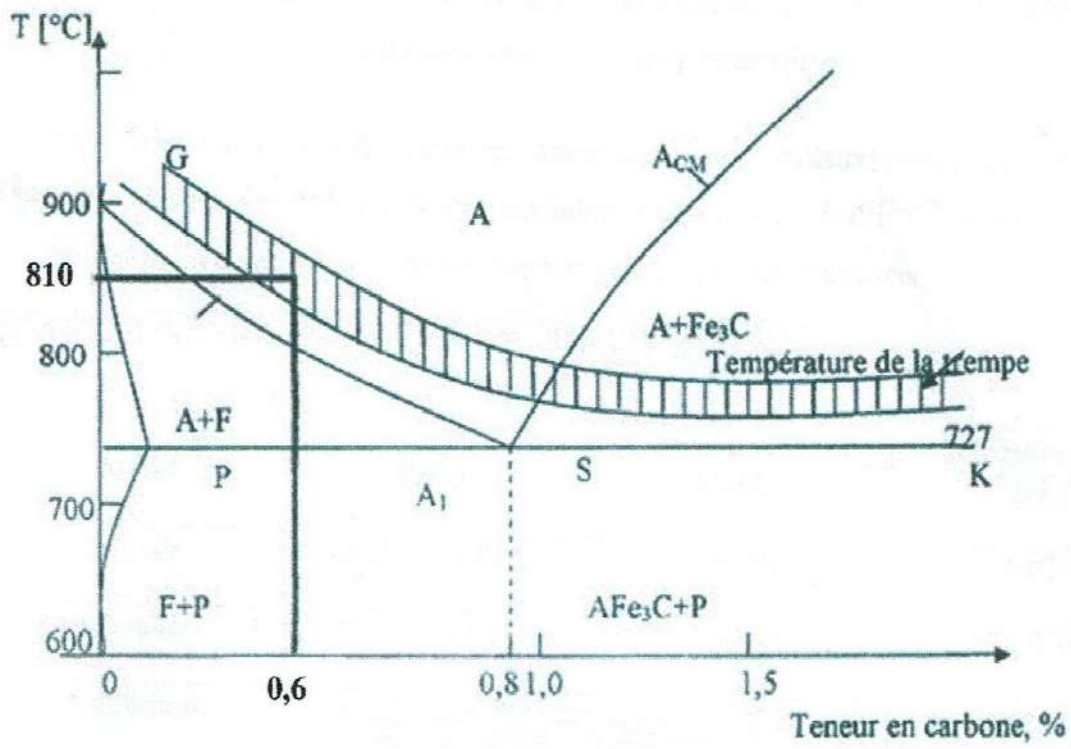


Figure IV.1 : Représentation du domaine de température de l'austénisation.

IV.3.2 Choix de la durée du chauffage d'austénisation :

Le maintien à la température nécessaire doit assurer le chauffage d'une pièce à cœur et l'achèvement des transformations de phase, sans être trop long pour ne pas provoquer le grossissement du grain et la décarbonatation des couches superficielles de l'acier.

La durée de ce traitement à cœur (jusqu'à la température terminale) est définie par la forme et la dimension de la pièce :

$$\tau_{gen} = \tau_{éc} + \tau_{si} \qquad \textbf{(IV.1)}$$

Où :

$\tau_{éc}$: durée d'échauffement de la pièce.

τ_{si}: durée de séjour isotherme à la température donnée qui ne dépend pas de la forme et dimensions de la pièce, mais seulement de la composition et de l'état initial de l'acier.

Pour déterminer τ_{gen}, on utilise le plus souvent les données expérimentales ou les formules empiriques.

En résume, ces conditions opératoires sont portées sur le tableau suivant :

Tableau IV.1 : Conditions opératoires

Paramètres	**Température (t) de maintien [°C]**	**Durée du maintien [min]**
Valeurs limites	**760 - 810 – 860**	**10 - 15 – 20**

IV.4 MILIEU DE TRAITEMENT

Nous envisageons de tremper les échantillons dans un bain d'huiles ''moteur'' (après vidange) usagées mais préalablement traitées selon les étapes suivantes :

Décantation – filtration sur papier carton - filtration sur papier filtre – centrifugation – filtration ultra-fine sur papier filtre.

Ces huiles contiennent de nombreux cations d'éléments (métaux) lourds **[94]**, des organiques, des phénols, des composés aromatiques parmi lesquels des hydrocarbures polycycliques. La composition minéralogique moyenne des huiles utilisées (par la méthode spectrophotométrie UV visible) est reportée sur le tableau ci-dessous :

Tableau IV.2 : Composition minéralogique d'huile de vidange usagée.

Métal	**Forme**	**Concentration en mol/l**	**Concentration en g/l**
Plomb	Pb^{2+} : PbO	$3.36.10^{-4}$	0.074
Chrome	Cr^{3+} : Cr_2O_3	$7.10.10^{-3}$	$0.107.10^{-2}$
Cadmium	Cd^{2+} : CdO	$3.10.10^{-4}$	$3.98.10^{-2}$
Fer	Fe^{2+} : FeO	$1.107.10^{-3}$	$7.95.10^{-4}$
	Fe^{3+} : Fe_2O_3	$4.37.10^{-5}$	$6.97.10^{-4}$

IV.5 ÉVALUATION DE LA DURETÉ (ESSAI DE DURETÉ DE VICKERS)

IV.5.1 Principe de la dureté Vickers :

La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136°. L'empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales $\mathbf{d_1}$ et $\mathbf{d_2}$ de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur **d** en effectuant la moyenne de $\mathbf{d_1}$ et $\mathbf{d_2}$. C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées **[89]**.

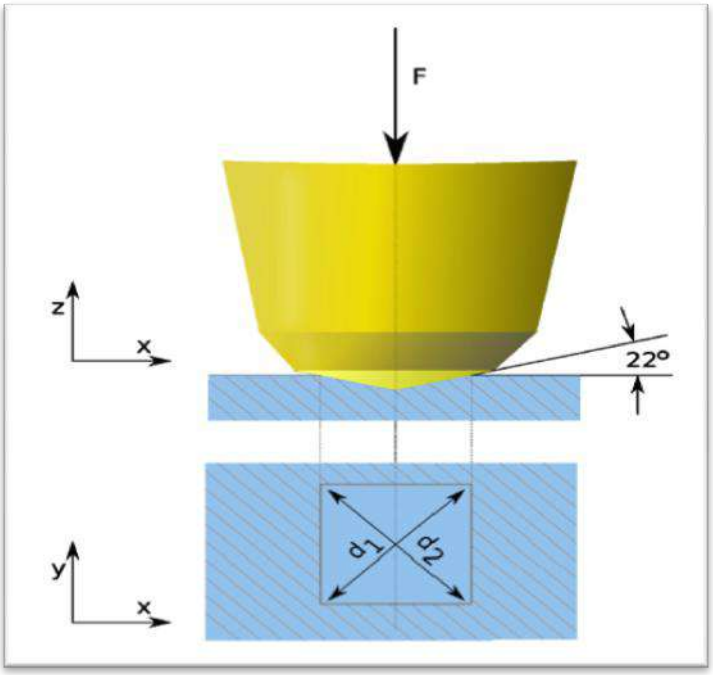


Figure IV.2 : Principe de la dureté Vickers **[89]**.

Donc :

$$HV = \frac{2F \sin\left(\frac{136^{\circ}}{2}\right)}{g \cdot d^2} \qquad \textbf{(IV.2)}$$

Avec :

HV = Dureté Vickers.

F = Force appliquée [N].

d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm] avec : ($d = \frac{d_1+d_2}{2}$).

g = Accélération terrestre [m. s^{-2}] (9.80665 m. s^{-2}).

IV.5.2 Mode opératoire :

- Placer le pénétrateur en contact avec la surface du matériau ;
- Appliquer la force ;
- Maintenir cette charge pendant 10 à 15 secondes ;
- Mesurer sur l'empreinte deux diamètres à 90° l'un de l'autre. La mesure est effectuée à l'aide d'un dispositif grossissant et d'une règle graduée tenant compte du facteur de grossissement.

Le degré de dureté, noté HV, est ensuite lu sur un abaque (une table) ; il y a un abaque par force d'appui.

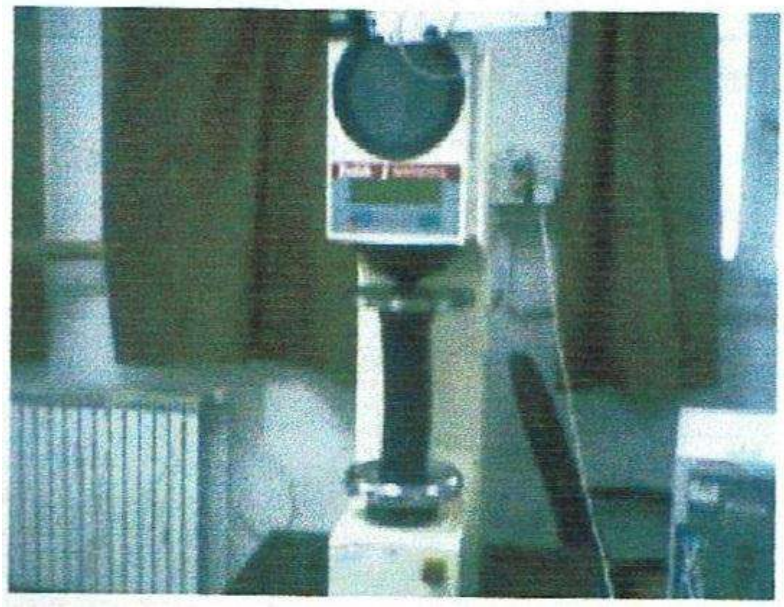


Figure IV.3 : Dispositif de mesure la dureté de Vickers.

IV.6 OBSERVATION MÉTALLOGRAPHIQUE

Avant toute observation, il faut mettre en résine les échantillons et les préparer à la polisseuse.

IV.6.1 Mis en résine :

Le matériau choisi est un acier allié pour coussinet de bielles. Les échantillons sont donc de faible épaisseur. Aussi, pour les préparer, il faut les mettre en résine.

IV.6.2 Polissage :

Après la résine, nous procédons à la préparation (polissage) de la surface de l'échantillon. Cette opération se fait sur une machine spéciale TRUERS-Labopol 5 dans laboratoire d'interaction matériaux-environnement (LIME) à l'université de Jijel.

La préparation des échantillons se passe les étapes suivantes :

A l'aide d'une tronçonneuse on partition une pièce de coussinet de bielle (06) six échantillons de volume égaux en utilise le tour pour façonner les surfaces des pièces, en les faisant tourner sur elle-même par plusieurs type papiers abrasifs avec un grossissement différents (120, 320, 500, 800 et en fin 1200 grain/cm^2) pour obtenir des surfaces très polie à l'aide d'une polisseuse électrique **[95]**.



Figure IV.4 : Polisseuse STRUERS-Labo Pol 5 **[96]**.

IV.6.3 L'attaque chimique :

Pour révéler les différentes phases en présence, elle se fait par immersion pendant quelques secondes dans une solution de Nital (à 4 % de l'alcool préparer par addition de 2 à 5 ml de l'acide nitrique à 100 ml de l'éthanol).

IV.6.4 Préparation de milieu de traitement :

La trempe se fait dans l'huile de vidange industrielle usagée filtrée qui est d'huile sans suspension qui obtient par une opération de filtration à l'aide d'un papier filtre puis décantation centrifugeuse.

IV.6.5 La trempe directe :

Les paramètres retenus pour l'expérimentation sont :

1. Température : t° = (760 – 810 – 860) °C ;
2. Durée de maintien : (10 – 15 – 20) min.

Les échantillons sont numérotés et placés (puis retirés) dans un ordre défini dans le four.

On laisse l'échantillon N°0 comme référence, et les autres cinq échantillons (N°1, N°2, N°3, N°4, N°5) les met sur une plaque dans le four. On ajuste la température à 760 °C, après 10 minute on prendre l'échantillon N°1 (-,-) et on émerge directement dans l'huile filtré, après 10 minute on retire l'échantillon N°2 (+,-) dans le même milieu.

Nous augmentons la température jusqu'à 810 °C, après 15 minute on retire l'échantillon N°3 (0,0) avec le trempe dans le bain.

Nous élevons la température pour la deuxième fois à 860 °C, après 10 minute on prendre l'échantillon N°4 (+,-) en suite en va tremper l'huile, après 10 minute on retire l'échantillon N°5 (+,+) dans le même milieu.

IV.6.6 Microscopie optique :

Microstructure de l'échantillon à divers grossissement. L'évaluation du pourcentage (surface relative) occupée par les carbures dans la surface superficielles des pièces s'effectuée après les étapes suivantes :

- ✓ Le polissage : l'objectif est l'obtention d'une surface très lisse ;
- ✓ L'attaque chimique : par l'immersion de la surface polie dans l'acétone pour voir différentes phases.

Après les deux étapes précédent on va fixer lentille de microscope optique sur une zone quelconque de la surface superficielle de la pièce relative occupe par les carbure ; on répète cette mesure avec quatre zones de même surface des pièces, puis on calcule la moyenne des quatre valeurs **[95]**.



Figure IV.5 : Microscope métallographique **[96]**.

IV.7 MESURE DE LA VITESSE DE CORROSION

IV.7.1 Échantillonnage et état de surface :

Les échantillons ont été découpés à partir d'un coussinet de bielle au moyen d'une tronçonneuse métallographique. Afin de mettre en évidence l'effet de l'état de surface de l'acier sur son comportement à la corrosion nous avons procédé à la préparation des échantillons présentant différents états de surface. Par la suite les échantillons on subis un polissage sur du papier d'émeri de taille décroissante 220, 320, 500, 800 et 1200 dont le but est d'éliminer toute trace d'oxyde et obtenir une surface plane et bien polie.

IV.7.2 Milieu électrolytique :

Les différentes mesures se font en plongeant les échantillons dans une cellule électrochimique contenant de l'eau de robinet.

IV.7.3 Essais électrochimiques :

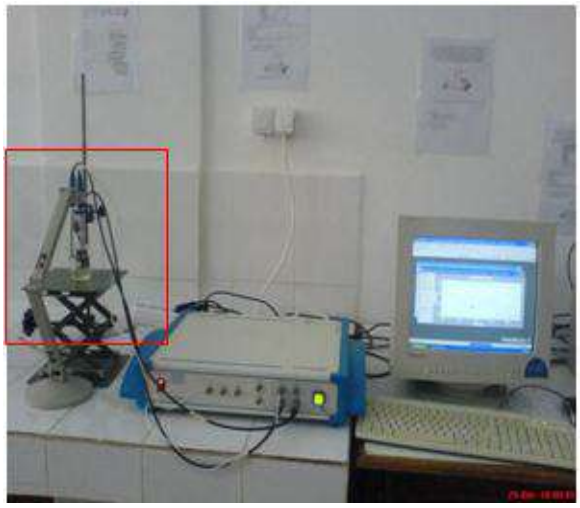
Les essais électrochimiques ont été réalisés à l'aide du montage expérimental représenté par la figure IV.6. Il est constitué d'une cellule de mesure qui est un système à trois électrodes :

- Une électrode de référence au calomel saturé (ECS) ;
- Une contre électrode en platine pour la mesure du courant ;
- Une électrode de travail avec une surface active de 0.875 cm^2 pour les électrodes à surface polie et de 1 cm^2 pour les électrodes à surface calaminée et rouillée ;

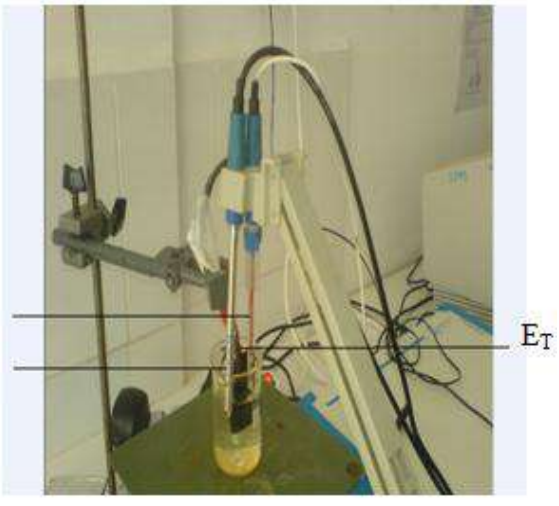
Les trois électrodes sont reliées à un ensemble qui constitue la chaîne de mesure (potentiostat-galvanostat, analyseur de réponse en fréquences….).

Le potentiostat permet d'imposer un potentiel entre l'électrode de travail et l'électrode de référence. Ensuite, nous mesurons le courant stationnaire qui s'établit, après un certain temps, dans le circuit électrique entre l'électrode de travail et une contre électrode ou électrode auxiliaire.

Nous avons utilisé un potentiostat-galvanostat Voltalab 40 de type Radio-Meter PGZ 301 avec fonction de transfert intégrée, piloté par le logiciel VoltaMaster 4 du laboratoire LIME (Laboratoire Des Interactions Matériaux-Environnement) de l'université de Jijel.



Montage à trois électrodes équipé d'un Voltalab 40 PGZ 301 piloté avec un PC.



Représentation de photographie du montage à trois électrodes.

Figure IV.6 : Le dispositif utilisé lors des essais électrochimiques **[96]**.

E_R : électrode de référence (électrode au calomel saturé ESC) ;

E_T : électrode de travail (à étudier) ;

E_A : électrode auxiliaire ou contre électrode (électrode de platine).

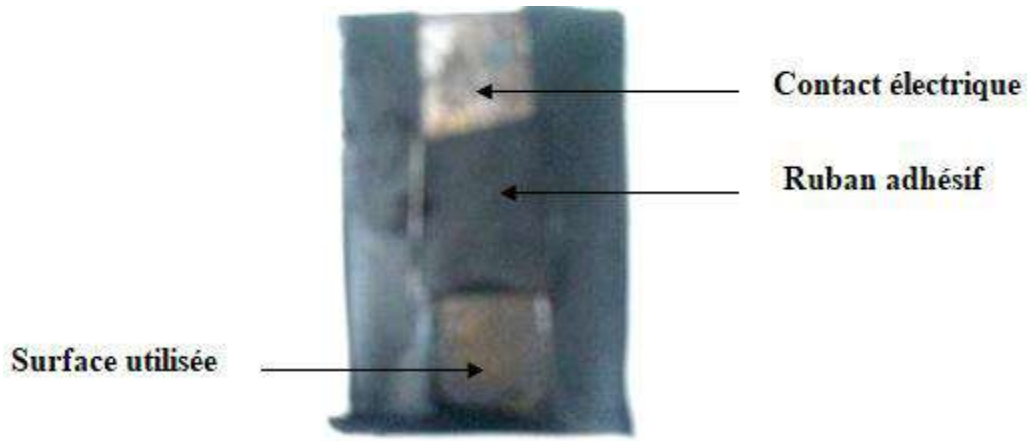


Figure IV.7 : Photographie de l'électrode de travail.

Avant chaque essai électrochimique, nous avons procédé à une mesure du potentiel libre après atteinte de l'état stationnaire généralement obtenu au bout de 30 minutes.

Les courbes de polarisation potentiostatique i(E) ont été tracés dans une gamme de potentiel de -300/300 Ref avec une vitesse de balayage de 0.5 mV/sec.

IV.7.3.1 Tracé des courbes de polarisation i = f (E) :

Pour mettre en évidence le comportement électrochimique d'un métal dans son milieu environnement (l'huile), nous avons utilisé la technique du tracé les courbes intensité-potentiel.

L'examen des courbes i = f (E) permet d'obtenir un grand nombre d'information sur le couple métal milieu. Ces courbes sont très sensible à l'état de surface ou l'état structural de métal, la nature chimique de la solution, la vitesse de balayage de potentiel,…etc.

IV.7.3.2 La méthode de Tafel :

Les courbes intensité-potentiel renseignent uniquement sur les formes de corrosion et non sur la cinétique de celle-ci. C'est pour ça nous avons réalise les courbes i = f(E) afin de trace les droites de Tafel qui permettent, après l'extrapolation de potentiel de corrosion. Les courbes i = f(E) et log (i) = f(E) sont donc complémentaires.

Remarque :

Pour les essais électrochimiques et la métallographique on va choisir l'échantillon le plus dur et l'échantillon de référence.

IV.8 ANALYSE ET TRAITEMENT DES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Nous avons utilisé un logiciel de traitement statistique et mathématique des donnés. Ce logiciel de statistique ‘’STATISTICA 5.0’’ analyse toutes les données et permet de trouver, selon les valeurs des différents facteurs d’expérimentation (température de chauffage T_{ch}, durée de chauffage D_{ch}) :

- Différents modèles de régressions (fonction d’ajustement) ;
- Différents coefficients de corrélation (régression) et autres paramètres d’analyse statistique ;
- Différents formes de représentation graphiques tridimensionnelles.

Chapitre V

Résultats et discutions

V.1 INTRODUCTION

Dans cette partie nous présentons les résultats trouvés correspondant aux différentes caractérisations effectuées.

Dans notre travail nous commençons par l'étude métallographique (microscopie optique) suivie par les résultats de l'étude mécanique traduite par des mesures de la dureté de 6 échantillons et en fin les essais électrochimiques.

V.2 ÉCHANTILLON NON TRAITÉ

V.2.1 Mesure de la dureté :

L'échantillon de référence (non traité) est numéroté N°0 dans le tableau suivant :

Tableau V.1 : Valeur de la dureté de Vickers pour l'échantillon non traité.

N°	t° [°C]	D [min]	HV
0	/	/	**49.75**
1 (-,-)	760	10	/
2 (-,+)	760	20	/
3 (0,0)	810	15	/
4 (+,-)	860	10	/
5 (+,+)	860	20	/

Remarque : Sa dureté Vickers est de 49.75 HV moyenne arithmétique de 04 mesures.

V.2.2 Observation métallographique :

L'acier considéré a pour composition chimique (AFNOR55S7) :

(0.52-0.60) % C + (1.50-1.80) % Si + (0.70-1.00) % Mn.

Sa structure métallographique (figure V.1) révélée au Nital (solution d'éthanol à 5 % d'acide nitrique) est composée de :

- 90 % martensite aciculaire : surface marron claire, en aiguilles ordonnées ;
- 2 % carbures : grains clairs, très fins ;
- 3 % sulfures : grains sombres, sphériques.

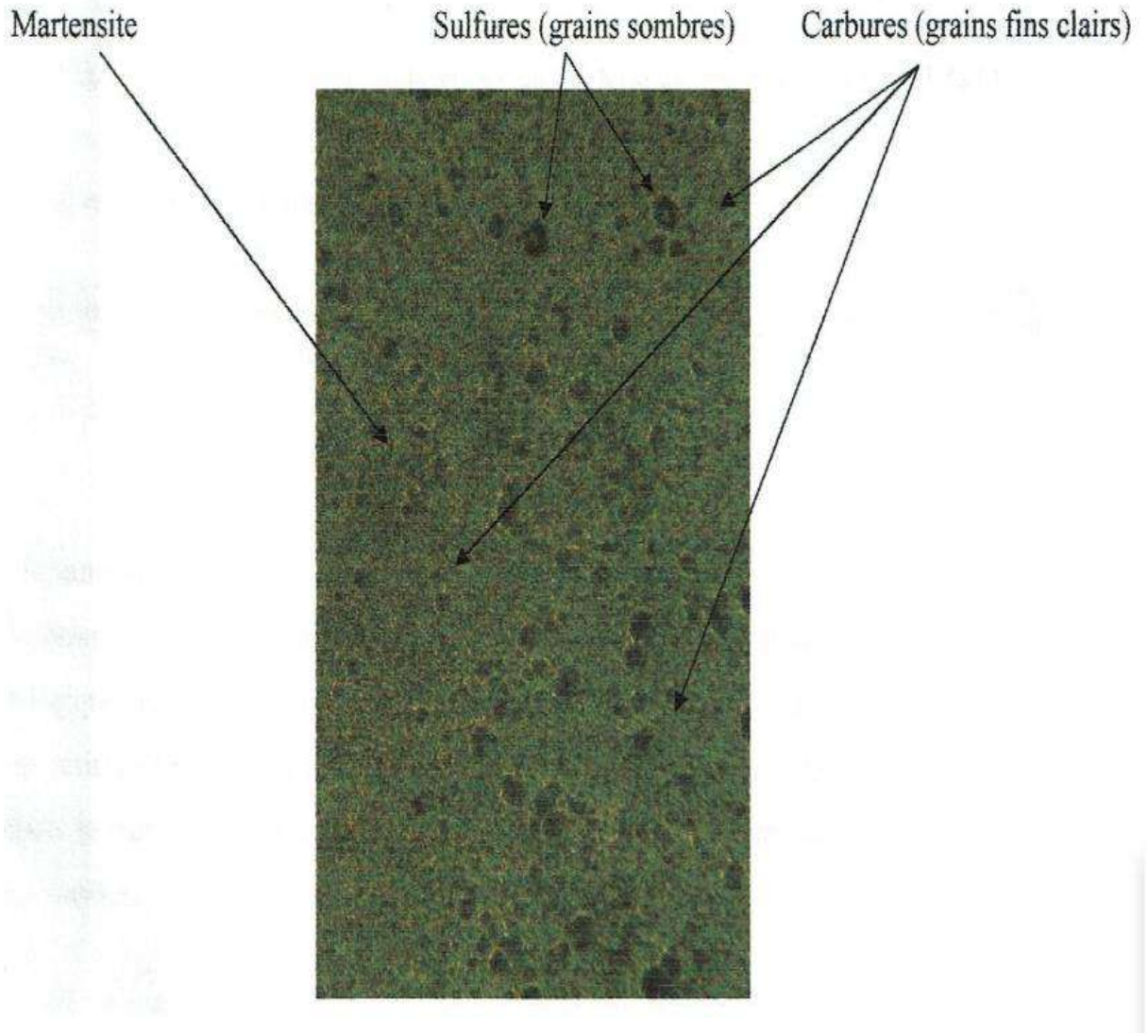


Figure V.1 : Structure métallographique initiale de l'acier étudié (×150).

La présence inhabituelle de sulfure dans cet acier due au fait que ce matériau (coussinet de bielle de moteur Renault ; modèle : Clio) a travaillé dans un milieu lubrifié à l'huile moteur en subissant des gradients de température répétés et violents (marche et arrêt souvent répétés du moteur pendant 80000 Km soit 05 années d'exploitation avant changement). A titre de référence, voici la microstructure (figure V.2) d'un acier de composition chimique similaire (à 0.28 % C + 0.25 % Cr + 1 % Mo) : martensite après revenu avec des traces de sulfures (zones noires).

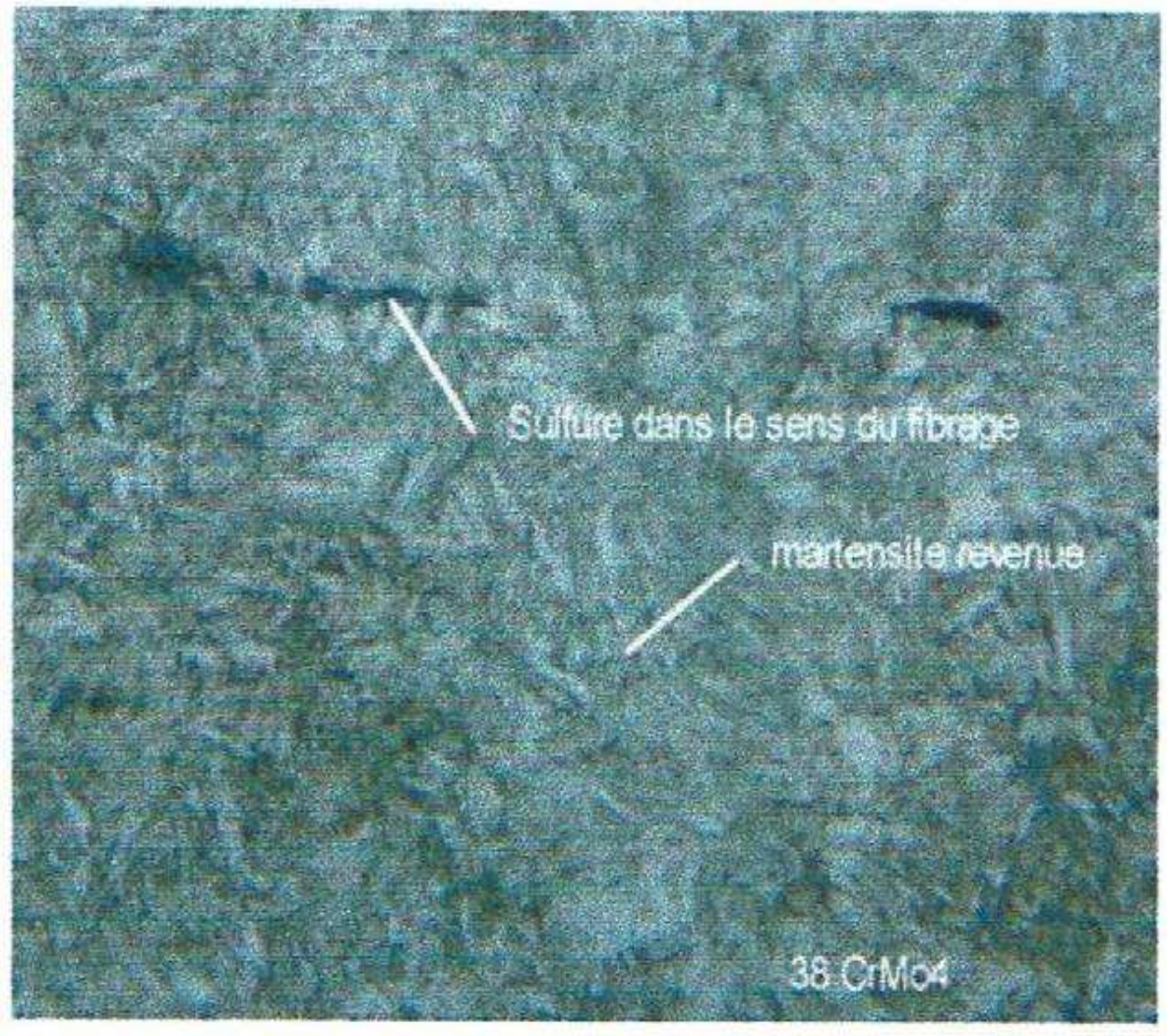


Figure V.2 : Microstructure (de référence) de l'acier 0.28 % C + 0.25 % Cr + 1 % Mo.

Nous résumons les caractéristiques de l'acier étudié dans le tableau suivant :

Tableau V.2 : Caractéristiques de l'acier non traité.

Désignation	Structure métallographique	Dureté
Valeur	95% M + 2% M_xC_y + 3% M_pS_q	49.75

V.3 ÉCHANTILLONS TRAITÉS

V.3.1 Mesure de la dureté

La trempe est exécutée selon le protocole décrit dans la partie expérimentale. L'essai de la dureté de nos échantillons nous donne la résistance à la pénétration sous l'effet de la force

appliquée. Les valeurs remarquées représentent la moyenne des 4 essais différents de la même surface d'un échantillon sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau V.3 : Valeurs de la dureté de Vickers pour les échantillons traités.

N°	t° [°C]	D [min]	HV
0	/	/	**49.75**
1 (-,-)	760	10	115
2 (-,+)	760	20	127.75
3 (0,0)	810	15	134.75
4 (+,-)	**860**	**10**	**137.50**
5 (+,+)	860	20	134.75

D'après le tableau ci-dessus, on remarque que la dureté de l'échantillon quatre (4) est plus élevé par rapport aux autres échantillons.

L'amélioration de propriété d'exploitation (dureté) est due principalement à la précipitation supplémentaire de carbures $M_X C_Y$: combinaisons chimiques très dures et saturées en carbone (malgré la conservation de la même matrice métallique).

Remarque : Dans ce travail on utilise l'échantillon N°4 (qui a la meilleure valeur de la dureté) pour les observations métallographiques.

V.3.2 Observation métallographique :

Après traitement, les conditions opératoires **t° = 860 °C ; D = 10 min** ont permit l'obtention de la microstructure (figure V. 3) suivante de l'échantillon N°4 :

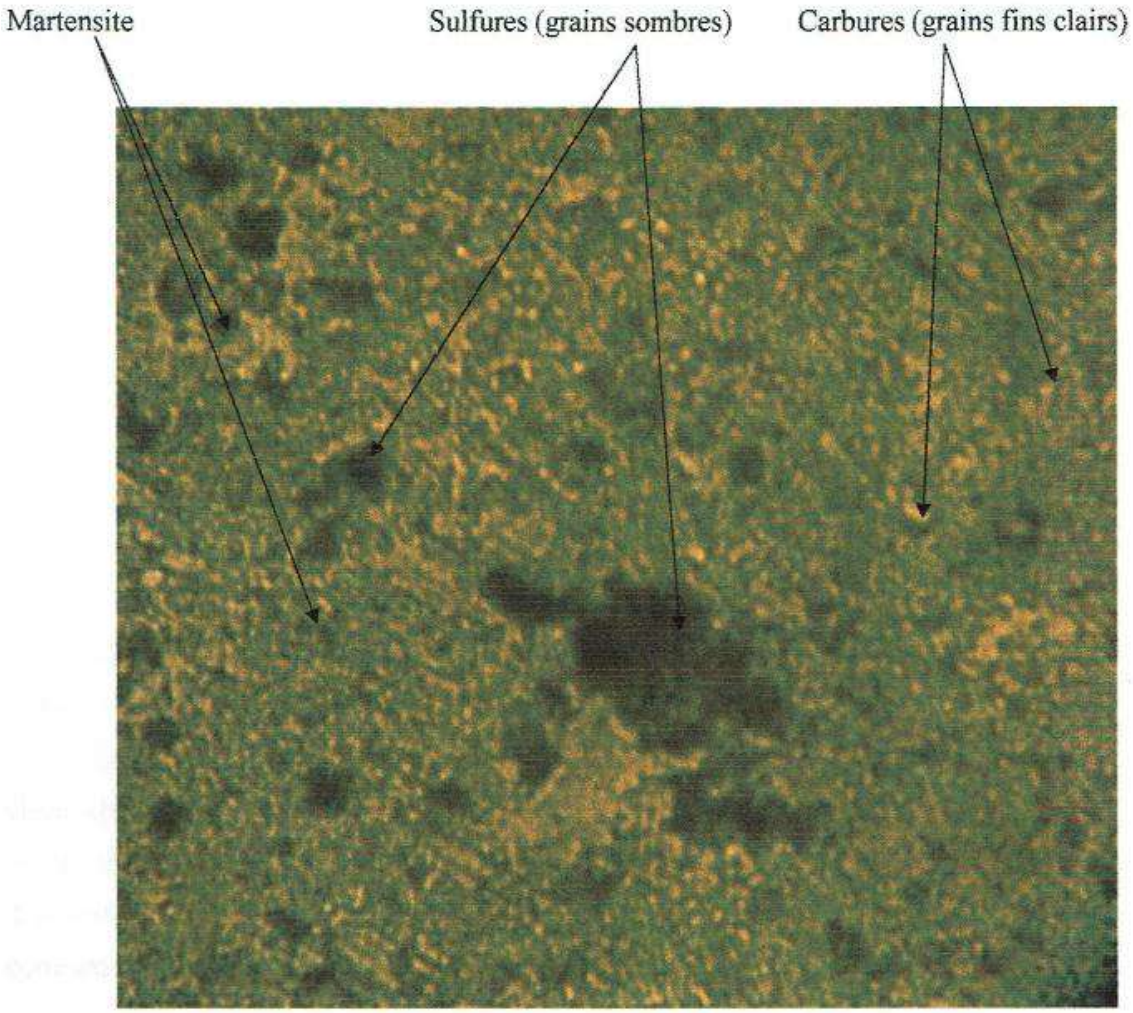


Figure V.3 : Microstructure du matériau étudié après trempe dans l'huile '' moteur'' (usagée et prétraitée) à t° = 860 °C ; D = 10 min (× 150).

Nous remarquons :

- ✓ La conservation de la même structure martensitique ;
- ✓ L'augmentation de la taille, du nombre et de proportion des grains de carbures (2 à 10 %) ;
- ✓ L'augmentation de la taille des grains de sulfures (avec une proportion pratiquement constante).

V.4 LA VARIATION DE LA DURETÉ HV = F(t°, D)

V.4.1 Modèle mathématique : le logiciel STATISTICA 5.0 permet la modélisation de la variation des valeurs de dureté :

$$HV = 2.975 + 0.147\ t^0 + 0.5\ D \qquad (V.1)$$

V.4.2 Matrice de corrélations : elle permet de voir l'intensité de l'influence des deux paramètres étudiés :

Tableau V.4 : Matrice de corrélation.

Corrélations entre facteurs d'expérimentation			
Variables	t^0	D	HV
	0.81	0.17	1.00

Dans le modèle **HV = 2.975 + 0.147 t^0 + 0.5 D**, le facteur le plus influence est t^0 (avec 81 % de contribution) ; D possède une influence inférieure (17%) et ces deux paramètres possèdent une influence positive.

Avec le logiciel STATISTICA 5.0, nous obtenons la représentation graphique suivante de cette évolution de dureté :

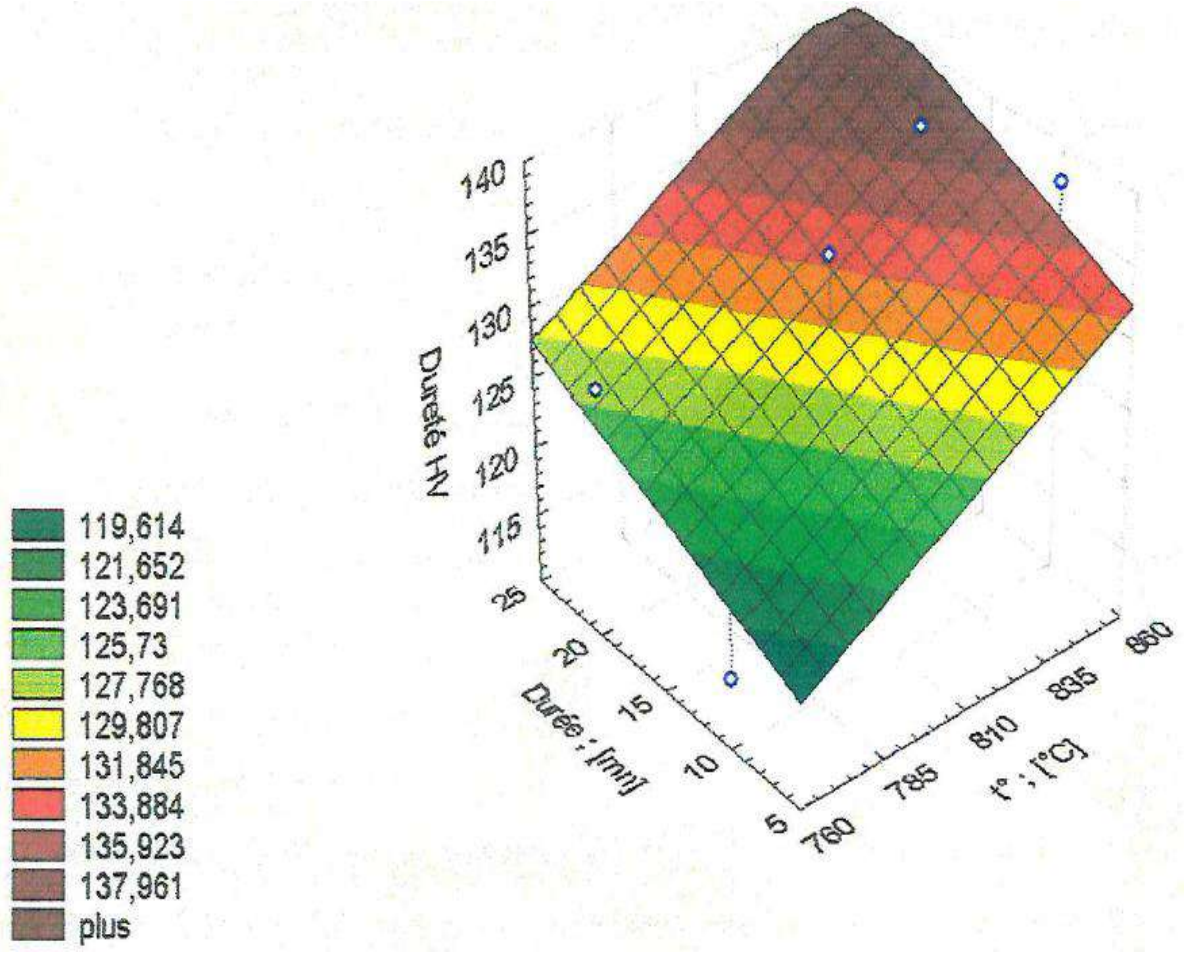


Figure V.4 : Représentation graphique de la variation de la dureté HV = 2.975 + 0.147 t^0 + 0.5 D en fonction de la température et durée de maintien.

V.5 ESSAI ÉLECTROCHIMIQUE

La détermination du comportement électrochimique de l'acier traité choisi (le plus dur : N° 4) et non traité (état de référence) s'effectuée comme indiquée dans la partie méthodologie citée précédemment.

L'évolution du potentiel en fonction du temps des deux métaux choisis est présentée par la figure V.5 ci-dessous :

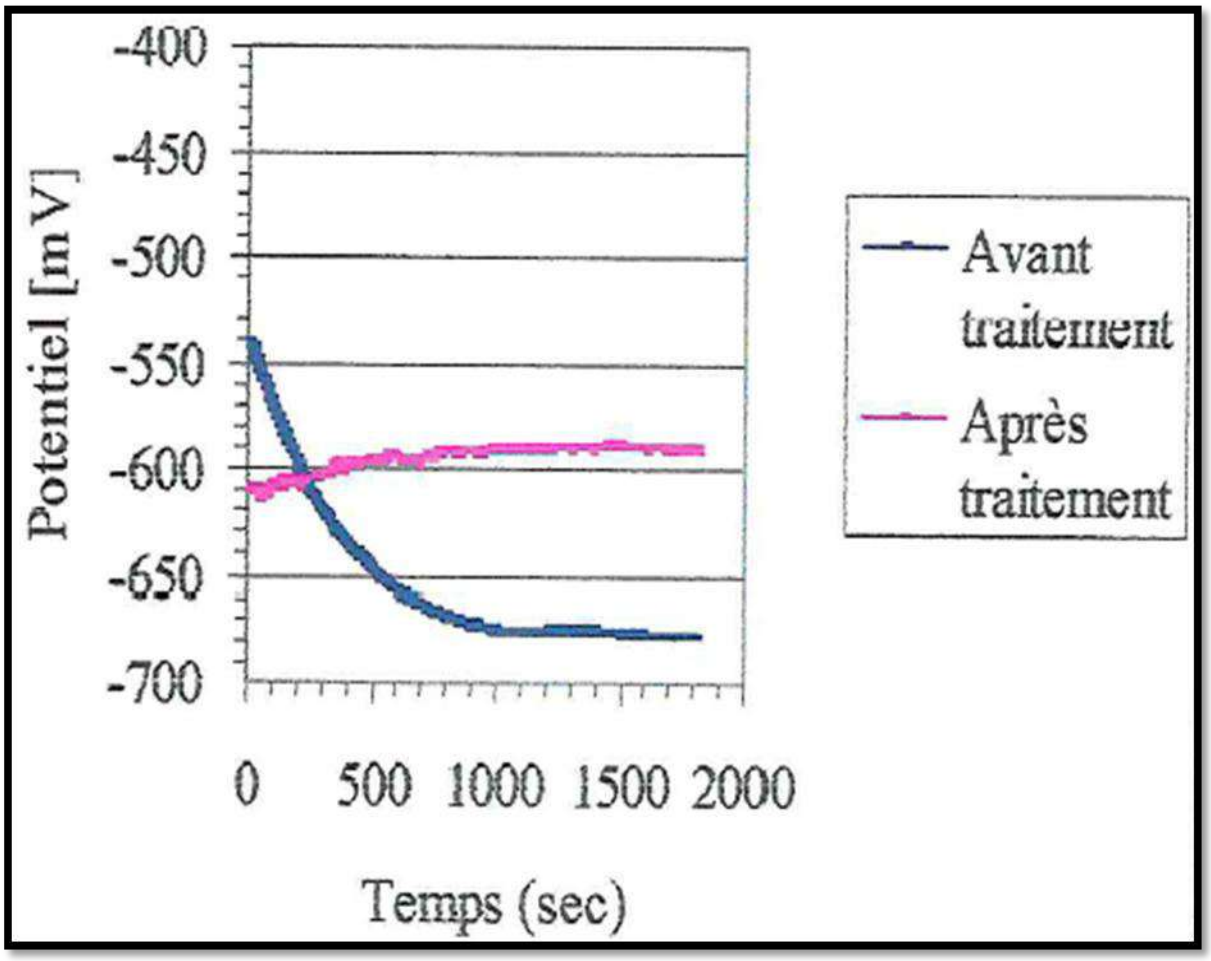


Figure V.5 : Évolution du potentiel électrochimique de l'acier traité et non traité en fonction du temps.

Le potentiel électrochimique tend vers une valeur stationnaire après une période du temps, celle-ci représente le potentiel d'abandon.

La figure V.6 illustre l'évolution de la densité du courant en fonction de potentiel électrochimique des deux métaux (acier traité et non traité).

Nous remarquons que les deux courbes ont la même forme, elles comportent une partie anodique correspondant à la réaction électrochimique d'oxydation caractérisée par des valeurs

de densité du courant positives, la deuxième partie est celle correspondant à la réaction cathodique ($i < 0$ mA / cm^2).

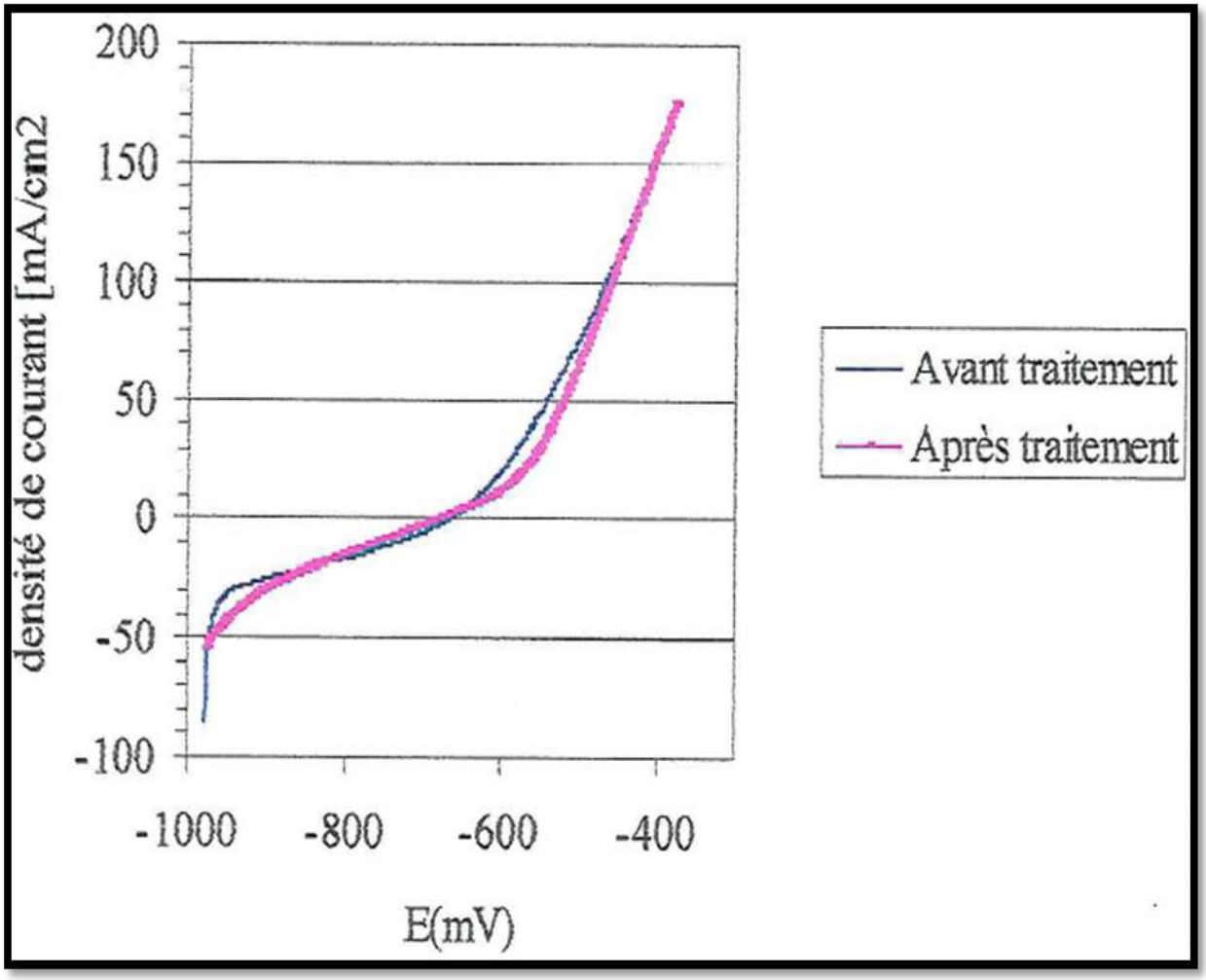


Figure V.6 : Courbe de polarisation i = f(E) de l'acier traité et non traité.

Les courbes de polarisation potensiodynamiques (droite de Tafel) de l'acier traité et non traité dans le milieu sus-cités, après 30 min, d'immersion sont reportées sur les figures V.7 et V.8.

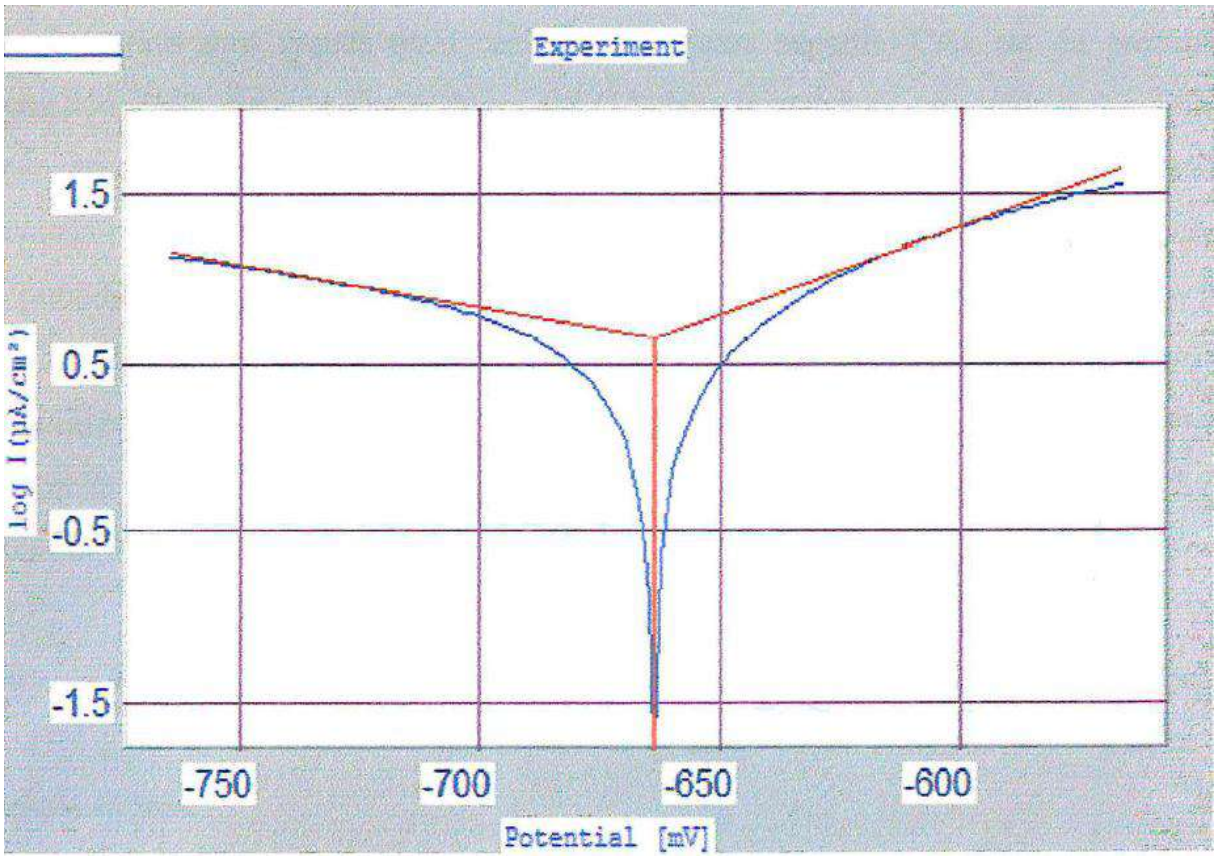


Figure V.7 : Les droites de Tafel de l'acier non traité.

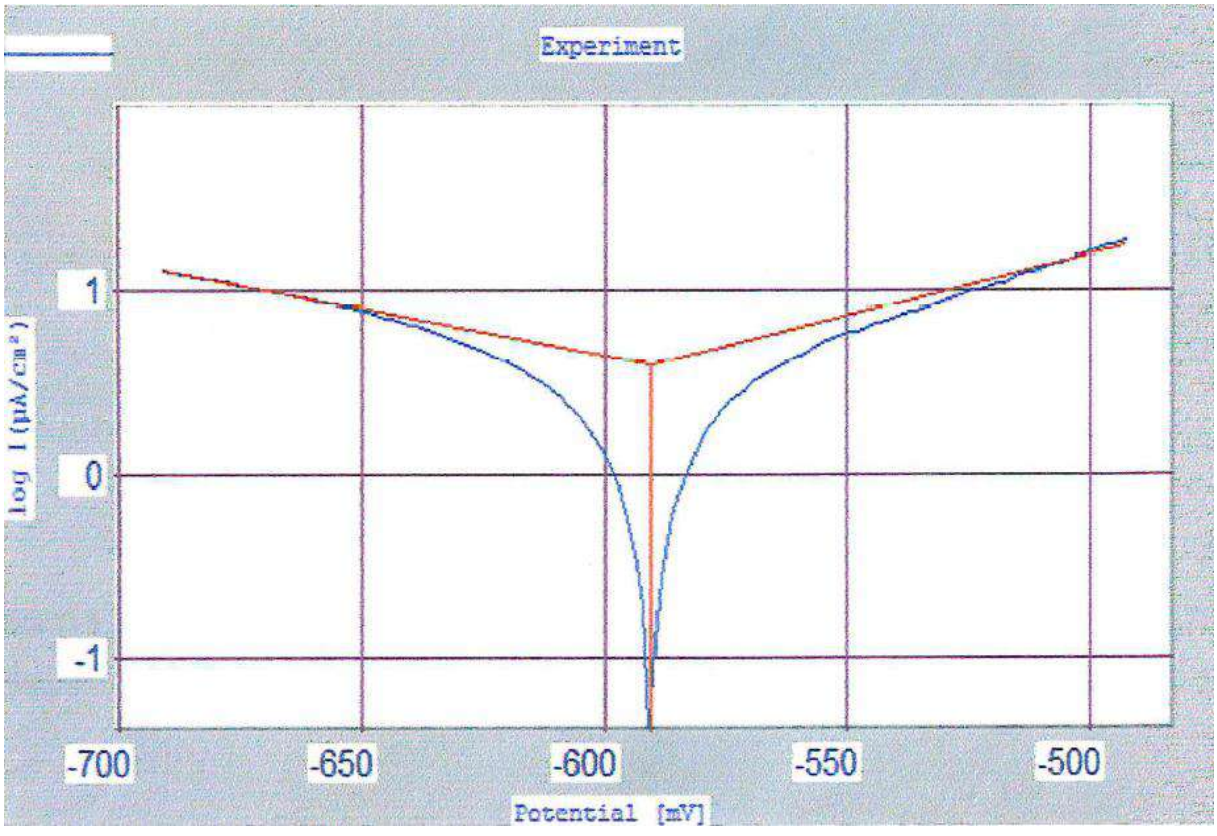


Figure V.8 : Les droites de Tafel de l'acier traité.

Les valeurs des potentiels de corrosion (E_{corr}) et densités des courants de corrosion (i_{corr}) sont obtenues à partir du traitement des courbes de polarisation (méthode d'extrapolation des droites de Tafel).

Les valeurs de vitesse de corrosion (V_{corr}) sont calculées à partir de la formule suivante :

$$V_{corr} = 3{,}27 \frac{i_{corr} \times M}{\rho \times n} \qquad \textbf{(V.2)}$$

Avec :

V_{corr} : Vitesse de corrosion [mm. an^{-1}] ;

i_{corr} : Densité du courant [mA. cm^{-2}] ;

M : Masse molaire [g. mol^{-1}] ;

ρ : Masse volumique [g. cm^{-3}] ;

n: Valence **[97]**.

Selon la figure V.6, nous remarquons un déplacement des courbes de polarisation électrochimique vers des potentiels plus grands mais néanmoins toujours négatifs. Cela est dû probablement à l'augmentation de la quantité des carbures (M_XC_Y) dans la structure correspondant à l'acier traité. Ceux-ci caractérisés par une meilleure résistance électrochimique : ce sont des combinaisons chimiques saturées en carbone et avec la valence supérieure du métal. Ces carbures représentent une surface cathodique dans la structure de l'acier traité, l'augmentation de celle-ci fait abaisser la vitesse de corrosion. De même la diminution du pourcentage de la matrice (martensite) qu'est une structure hors d'équilibre fait diminuer la vitesse de corrosion à cause de la diminution de la surface anodique présente par la phase martensitique. Malgré la présence des sulfures de type (M_pS_q) sous formes des impuretés dans la structure.

Le tableau suivant (tableau V.4) résume les caractéristiques de l'acier étudié (avant et après trempe).

Nous avons noté une augmentation de sa dureté et une diminution de sa vitesse à la corrosion.

L'amélioration des propriétés d'exploitation (dureté, tenue à la corrosion) est due principalement à la précipitation supplémentaire de carbures M_XC_Y : combinaisons chimiques très dures et saturées en carbone (malgré la conservation de la même matrice métallique).

Tableau V.5 : Évolution des propriétés de l'acier étudiée suite avant et après la trempe dans l'huile.

Désignation	**Structure métallographique**	**Dureté**	**Vitesse de corrosion (V_{corr})** [10^{-6} m/an]
Acier non trempé	95% M + **2% M_xC_y** + 3% M_pS_q	**HV = 49.75**	**86.83**
Acier trempé (échantillon N° 4 : t° = 860 °C ; D = 10 min	87% M + **10% M_xC_y** + 3% M_pS_q	**HV = 137.5**	**52.68**

Conclusion générale

Conclusion générale

Le but du présent travail est d'évaluer la dureté et la vitesse de corrosion d'échantillons d'un acier allié avant et après trempe thermochimique. L'évolution de ces propriétés est la conséquence directe d'une modification structurale que nous quantifierons en termes de nombre et quantité relative des composants structuraux de cet acier. Les résultats obtenus sont résumés aux points ci-dessous :

- L'étude métallographique montre une structure martensitique de l'acier faiblement allié (avec quelques grains de carbures et de sulfures) à l'état brut pris comme états de référence ;

- Quelques grains de sulfures apparaissent déjà initialement et avant traitement proprement dit. Ceci est du au fait que le travail prolongé de ce matériau dans un milieu lubrifié et soumis à des gradients de température est apparenté à un traitement thermochimique initial ;

- Une structure martensitique similaire (à l'échantillon de référence) correspond à l'acier traité trempé dans l'huile : elle ressemble à celle de l'état de référence mais avec variation de la quantité des combinaisons chimiques carbures et sulfures ;

- Le traitement exécuté permet une augmentation de la dureté du matériau traité (137.50 HV) sans modification de la matrice métallique martensitique. Cette augmentation est plus forte que pour les matériaux aciers non traités (49.75 HV) ;

- Le traitement exécuté permet une amélioration de la tenue à la corrosion du matériau traité remarquée par la diminution de sa vitesse de corrosion ($52.68.10^{-6}$ m/an). Cette diminution est plus faible que pour les matériaux aciers non traités ($86.83.10^{-6}$ m/an) (extraire par traitement des données électrochimiques) ;

- Le traitement de trempe directe dans les huiles ''moteurs'' usagées et traitées a un effet remarquable sur les valeurs des propriétés étudiées. Malgré l'apparition-avant traitement- des sulfures, nous avons noté une nette amélioration de ces propriétés d'exploitation.

Conclusion générale

Perspectives

Cette étude ouvre certains nombre de perspectives relatives à la recherche et la mise au point de matériaux applicables au traitement thermique et thermochimique et aussi les études électrochimique qui porte sur la nécessité de :

- Mesure de la dureté de Brinell et Rockwel.
- Mesure de la micro-dureté.
- Mettre les mesures électrochimiques pour les autres matériaux traités.

Références bibliographiques

Références bibliographique

[1] B. Silini, R. Mostapha, Étude de traitements thermochimiques des aciers, mémoire de master académique à l'université de Mohamed Boudiaf - M'Sila, 2018/2019.

[2] https://www.techno-science.net/definition/4712.html.

[3] J. Sébastien, Influence des éléments d'alliage sur la genèse des contraintes résiduelles d'aciers nitrurés, thèse de doctorat de l'école nationale supérieure d'arts et métiers, 2009.

[4] J. Barralis, L. Castex, J. C. Chaize, Influence des conditions de traitement sur la distribution de phases et des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées, mémoires et études scientifiques revue de métallurgie, 43 (1986) 629-642.

[5] S. Nabil, K. Abdelghani, Étude d'élaboration et caractérisation des composés métallique revêtant les aciers, mémoire de master de l'université de Mohamed Boudiaf-M'Sila, 2016/2017.

[6] F. Guillaume, Rôle du carbone lors de la nitruration d'acier de construction et influence sur les propriétés mécaniques, thèse de doctorat de l'école nationale supérieure d'arts et métiers, 2015.

[7]https://www.univbiskra.dz/enseignant/bensaada/4%20Diagramme%20fer%20carbone%2036%20pages.pdf.

[8] B. F. Emna, Évolution de la microstructure des aciers à haute résistance mécanique durant le traitement thermique de trempe, thèse de doctorat à l'école de technologie supérieure à l'université du Québec, 2019.

[9] M. Islam, Étude théorique de quelques combinaisons chimiques dans les matériaux métalliques, thèse de doctorat en science en chimie à l'université Mentouri de Constantine, 2010.

[10] R. J. Borg, G. J. Dienes, The physical chemistry of solids, Editions Academic press, Inc, 1992.

[11] P. E. Ratianarivo, Étude et conception d'un thermomètre à l'infrarouge adapté à l'industrie métallurgique, mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme d'études approfondies, 2015.

[12] B. Laurent , Genèse des contraintes résiduelles de nitruration. Étude expérimentale et modélisation, thèse de doctorat à l'école nationale supérieure d'arts et métiers, 1992.

[13] http://threeplanes.net/ferrite.html.

[14] http://www.zpag.net/Tecnologies_Indistrielles/Metaux_Ferreux.htm.

[15] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, P. Combrade, Métallurgie du minerai au matériau, Editions Masson, 1998, ISBN : 2-225-82978-0.

[16] https://www.alamyimages.fr/photos-images/cementite.html.

[17]https://www.actuenvironnement.com/ae/dictionnaire_environnement/definition/graphite.php4.

[**18]** M. J. Peet, Bainitic steels and alloys for power plants, Structural Alloys for Power Plants, (2014) 153-187.

[19] F. M. Al-Abbasi, Predicting the deformation behavior of ferrite-pearlite steels using micro mechanical modeling of cells, mechanics of materials, 63 (2013) 48-64.

[20] M. Lahcene, Contribution à l'étude de précipitation du carbure dans les aciers fortement allies (frittée), mémoire de magister de l'université de Batna, 2014.

[21]https://www.giessereilexikon.com/en/foundrylexicon/Encyclopedia/show/troostite-4115/?cHash=c45ee74c69098c85dc0d73b61c38c162.

[22] D. Grygier, M. Rutkowska-Gorczyca, R. Jasiński, W. Dudzinski, Microstructure evaluations in pearlitic steels wires resulting from modification of the interoperation annealing process, machine engineering, 14 (2014) 52-62.

[23] L. Colombier, G. Fessier, G. Fessier, J. Pontet, « ACIER - Technologie », Encyclopædia Universalis. [En ligne : https://www.universalis.fr/encyclopedie/acier-technologie/1-constituants-des-aciers/].

[24] http://couteaux.free.fr/acier_technique/acier.html#constituants.

[25] F. Wever, A. Rose, W. Peter, W. Strassfurg, L. Redemacher, Atlas of isothermal transformation diagrams of B.S. en steels, Special report, 1949.

[26] E.J. Mittemeijer, J.T. Slycke, Chemical potentials and activities of nitrogen and carbon imposed by gaseous nitriding and carburizing atmospheres, Surface Engineering, 12 (1996) 152-162.

[27] J.R. Davis, Surface hardening of steels- understanding the basics, ASM International, 2002, ISBN: 978-0-87170-764-2.

[28] D. Abdeldjalil, Influence des traitements de surface sur les propriétés mécanique, Mémoire de magister à l'université de Mentouri Constantine, 2007.

[29] P. Philipe, Traitements thermique des métaux et alliage, technique de l'ingénieur, M 1105**.**

[30] J. W. Christian, Solidification and melting the theory of transformations in metals and Alloys, Chapter 14, Pergamon: Oxford, 2002, p 623-701.

[31] E. Orowan, Discussion in the symposium on inter masters sees in metals and alloys, volume 3, Institute of Metals, London, 1948, p 451–453.

[32]https://www.univ-biskra.dz/enseignant/bensaada/5%20Traitement%20thermique%20des%20aciers%2066%20pages.pdf

[33] B. Salah Eddine, Effet de la température d'austénitisation sur le comportement à l'usure d'un acier forgé, Mémoire de master de l'université de Badji Mokhtar-Annaba, 2017.

[34] R. Naoufel, Etude de l'influence du traitement thermique sur le comportement à l'usure d'un acier forgé, Mémoire de master de l'université de Badji Mokhtar-Annaba, 2018.

[35] E. Fergag, traitements des surfaces par revêtements et mise en marche de la couche de dépôt électrolytique, Mémoire d'ingénieur, 1997.

[36] http://www.fast.u-psud.fr/~hattali/Cours/LaH_Amphi-6_Traitements_thermiques.pdf

[37] T. C. Lei, J. Sun, C. H. Tang, M. Lei, Precipitation–segregation mechanism for high temperature temper embrittlement of steels revealed by Auger electron spectroscopy and internal friction measurements, Matériel science and technologie, 6 (1990) 124-133.

[38] http://laviateur08.free.fr/ecole/CPI/M%E9ca/cours/Mat%E9riaux/Traitement%20de%20surface.pdf

[39] A. Arfaoui, M. A. Chaker, matériaux métallique, traitement mécanique, traitement thermochimique, Chapitre 9, ISET Kasserine, 2009/2010, page 98.

[40] M. M. Bchaupinil, L. Seraplir, R. Triwt, Analogies et différence entre les traitements de carbonitruration et de cémentation, Aciers spéciaux №13, 1975.

[41] V. Yakub, A. Tijani, Modeling and simulation of thermochemical heat treatment processes: a phase field calculation of nitriding in steel, PHD thesis of university of Bremen, 2008.

[42] D. Ghiglione, C. Leroux, Pratique des traitements thermochimiques, cémentation, carbonitruration ; Technique de l'ingénieur, M1226.

[43] X. An, J. Cawley, W.M. Rainforth, L. Chen, A study of internal oxidation in carburized steels by glow discharge optical emission spectroscopy and scanning electron microscopy, Spectrochemica Acta Part B, 58 (2003) 689-698.

[44] G. Parrish, Carburizing: Microstructures and properties, Materials Park, OH 44073-0002, ASM International, 1999.

[45] A. Constant, G. Henry, J. C. Charbonnier, Principes de base des traitements thermiques, thermomécaniques, et thermochimiques des aciers, PYC Edition, 1992, ISBN-10 : 2853301109.

[46] L. Barrallier, S. Jegou, Traitement de nitruration et durabilité des pièces mécaniques, X^{ème} Conférence Internationale : Conception et Production Intégrées, 2015, Tanger, Maroc, p 1-9.

[47] L. Jean Noel, Caractérisation métallurgiques et mécaniques de couches nitrurées, relation microstructure comportement, Thèse de doctorat l'école nationale supérieure d'arts et métiers, 1998.

[48] L. Barrallier, J. Barralis, On origin of residual stress generated by nitriding treatment on alloy steels, Proc. 4th Int. Conf. Residual Stress, Baltimore, MD, SEM Publishing, 498-505.

[49]https://www.gerster.ch/userfiles/downloads/1419925989128911/Gasnitrieren_f_18122014.pdf.

[50] http://www.joel-houzet.fr/cours/nitrurationdesaciers.pdf

[51] E. Haruman, T. Bell, Y. Sun, Compound layer characteristics resulting from plasma nitrocarburizing in atmospheres containing carbon dioxide gas addition, Surface Engineering, 8 (1992) 275–282.

[52] H. J. Howes, P. Pistorius, Plasma ferritic nitrocarburizing of carbon and low alloy 0.4% C steels in N_2-H_2 atmospheres with CO_2 gas addition, Surface Engineering, 15 (1999) 476-482.

[53] J. Slycke, L. Sproge, Kinetics of the gaseous nitrocarburising process, Surface Engineering, 5 (1989) 125-140.

[54] T. Bell, Gaseous and plasma nitrocarburizing, volume 4, ASM International, Materials Park, Ohio, ASM Handbook, 1997.

[55] T. Bell, Y. Sun, A. Suhadi, Environmental and technical aspects of plasma nitrocarburizing, Vacuum, 59 (2000) 14-33.

[56] A. Esfahani, M.H. Sohi, J. Rassizadehghani, F. Mahboubi, Effect of treating atmosphere in plasma post-oxidation of nitrocarburized AISI 5115 steel, Vacuum, 82 (2007) 346-351.

[57] I. M. Hutchings, Friction and Wear of engineering materials tribology, London. Publication E. Arnold, 1998, p 158.

[58] M. B. Karamis, E. Gerçekcioglu, Wear behaviour of plasma nitrided steels at ambient and elevated temperatures, Wear, 243 (2000) 76-84.

[59] O. Salas, K. Kearns, S. Carrera, J. J. Moore, Tribological behavior of candidate coating for Al die casting dies, Surface and Coatings Technology, 172 (2003) 117-127.

[60] G. Chassin, G. Hillge, Métallurgie, Tome II, Ed Dunod, 1995.

[61] B. Nour Elyakine, Étude microstructurale après traitement de boruration de l'acier 42CD4 - test d'adhérence de la couche bourrée, Mémoire de master de l'université de Badji Mokhtar-Annaba 2019/2020.

[62] C. Fiaud, Inhibiteurs de corrosion, Techniques de l'ingénieur, COR1005.

[63] D. Landolt, Corrosion et chimie de surface des métaux. Traité des matériaux, presses polytechniques et universitaires Romandes, 1993.

[64] B. Hakim, Cours de corrosion et protection des métaux, pour les étudiants de première année Master, option génie des matériaux, université de Jijel, 2016.

[65] A. Chetouani, B. Hamouti, A. Aouniti, N. Benchat, T. Benhadda, New synthesized pyridazine derivatives as effective inhibitors for the corrosion of pure iron in HCl medium, Progress in Organic Coatings, 45 (2002) 373-378.

[66] O. Radovico, Proceedings of the 7th european symposium on corrosion inhibitors, University of Ferrara, Italy,1990, p.330.

[67] B. Laidi, Étude de la résistance à la corrosion des alliages de cuivre en milieu salin, mémoire de magister l'université du 20 aout 1955-Skikda, 2008.

[68] R. Karima, Contribution à l'étude du comportement électrochimique du couple galvanique acier au carbone/anodes de zinc dans l'eau de mer naturelle, mémoire de Magistère de l'université des sciences et de la technologie Houari Boumediene (USTHB) d'Alger, 2003.

[69] M. Hayat, Elaboration et caractérisation des dépôts composites Ni - Co par voie électrolytique, mémoire de magister de l'université Mohammed Khider Biskra, 2008.

[70] H. Mamache, Etude du problème de corrosion au niveau des installations de la surface, mémoire de fin de période de mise en situation professionnel ingénieur exploitation. IAP, 2017.

[71] I. Lilia, Etude de la corrosion et la protection des pipelines de réseau de collecte d'huile de la région TFT- secteur nord -, mémoire de master de l'université A. M. Oulhadj – Bouira, 2018.

[72] A. Mouaad Yassine, Etude de la corrosion bactérienne des aciers API – 5L grade B pour pipelines utilisés dans le transport d'eau, thèse de l'université d'Aix-Marseille France, 2015.

[73] R. Nicolas, Résistance à la corrosion des fils Copper Ni-Ti 35® et des fils acier inoxydable multibrins D-Rect® en milieu acide, Mémoire pour l'obtention du certificat d'études cliniques spéciales mention orthodontie de l'université Lorraine, 2012.

[74] M. Abdelhakim, Etude sur la méthode de maintenance par protection cathodique - Cas de la ligne de pipeline GZ1 40, mémoire pour l'obtention du diplôme du master génie mécanique de l'université Abou Bekr Belkaid–Tlemcen, 2014.

[75] D. Landolt, Corrosion et chimie de surface des matériaux, presse polytechniques et universitaires romandes, 1997.

[76] P. S. Audisio, Le livre multimédia de la corrosion, version web, laboratoire MATEIS-Corris de l'INSA de Lyon, 2013.

[77] N. Madora, Etude de l'effet d'inhibition des composants dithiole thiones et son sel dérive dans le milieu H_2SO_4, mémoire de magister de l'université d'Ouargla, 2011.

[78] M. Saida, Effets des inclusions sur la corrosion des aciers au carbone, mémoire de magister de l'université Mohammed khider Biskra, 2003.

[79] H. Uhlig, Corrosion et protection, Ed. DUNOD Paris, 1970.

[80] P. Olav Gartland, Choosing the right positions for corrosion monitoring on oil and gas pipelines, corr ocean USA, Paper n° 83, Nace, Houston, 1998, p 83.

[81] P. Boumersbach, C. Dumont, J. P. Millet, Electrochemical characterization of a corrosion inhibitor: influence of temperature on the inhibition mechanism, 207th meeting of the electrochemical society, Quebec City Canada, 2005.

[82] M. Bilel, Synthèse des inhibiteurs contre la corrosion des aciers, mémoire de magister de l'université Mentouri-Constantine, 2011.

[83] B. Abdeldjalil, Prédiction des propriétés de traction de l'acier S355 JR sous l'effet du brunissage, mémoire de master de l'université de Badji Mokhtar-Annaba, 2016/2017.

[84] H. Hamid, Concepts fondamentaux de la mécanique des matériaux, éditions de l'université de Badji Mokhtar, 2007.

[85] J. P. Bailon, J. M. Dorlot, Des matériaux, presses internationales polytechniques, 2007.

[86] D. François, Essais de rupture, technique de l'ingénieur, 2012.

[87] T. Ouahiba, Effet des traitements mécaniques de surface (TMS) sur l'écrouissage et la ténacité d'un acier, mémoire de magister de l'université de Badji Mokhtar Annaba, 2012.

[88] H. Bückle, la machine outil française, 206 (1965) 125-147.

[89] http://www.lyrfac.com/soutiens/knbase/pdf/durete%20(materiau).pdf.

[90] http://Fr.Wikipedia.Orgiwiki/Duret%%C3%A9 %28mat%C.3%A9riatty 029, Catégories: Science des matériaux • Métallurgie • Essai mécanique.

[91] https://www.pro-dist.com/produits/list/cat/81.

[92] G. Murry, Aciers pour traitements thermiques. Propriétés et guide de choix, techniques de l'ingénieur, traité matériaux métalliques, M 4 530.

[93] G. Béranger, G. Henry, G. Sanz, Le livre de l'acier, Éditeur Tec & Doc, 1999, ISBN-10 2852069814].

[94] J. Sarrazin, M. *Verdaguer*, L'oxydoréduction *concepts et expériences*, éditeur ELL IPSES, livre neuf année 1997, ISBN-9782729891220.

[95] J. Deruelle, Préparation des surfaces, technique de l'ingénieur, M 1435.

[96] Laboratoire d'Interaction Matériaux-Environnement à l'université Mohammed Seddik BenYahia de Jijel.

[97] A. Ciubotariu, L. Benea, M. L. Varsanyi, V. Dragan, Electrochemical impedance spectroscopy and corrosion behaviour of Al_2O_3–Ni nano composite coatings, electrochimica acta 53 (2008) 4557-4563.