



DOSSIER

TECHNIQUES DE L'INGÉNIEUR

l'expertise technique et scientifique de référence

m1228

Nitruration et nitrocarburation - Matériaux mis en oeuvre et propriétés d'emploi

Date de publication : 10/06/2012

Par :

Claude LEROUX

Ingénieur du Conservatoire National des Arts et Métiers (CNAM)

Ce dossier fait partie de la base documentaire
Traitements thermiques superficiels et thermochimiques
dans le thème **Traitements des métaux**
et dans l'univers **Matériaux**

Document délivré le 10/07/2013

Pour le compte

7200049069 - arts et metiers paristech // 193.48.193.78

Pour toute question :

Service Relation Clientèle • Éditions Techniques de l'Ingénieur • 249, rue de Crimée
75019 Paris – France

par mail : infos.clients@teching.com ou au téléphone : 00 33 (0)1 53 35 20 20



Nitruration et nitrocarburation

Matériaux mis en œuvre et propriétés d'emploi

par **Claude LEROUX**
Ingénieur du Conservatoire National des Arts et Métiers (CNAM)

| | |
|--|--------------|
| 1. Matériaux employés | M 1 228 – 2 |
| 1.1 Aciers | – 2 |
| 1.1.1 Aciers de construction mécanique | – 4 |
| 1.1.2 Aciers à outils | – 5 |
| 1.1.3 Aciers inoxydables | – 7 |
| 1.1.4 Cas particuliers des aciers frittés | – 8 |
| 1.2 Fontes | – 8 |
| 2. Traitements thermiques préalables | – 9 |
| 2.1 Trempe et revenu | – 9 |
| 2.2 État recuit | – 9 |
| 2.3 Stabilisation, relaxation ou détensionnement | – 9 |
| 3. Mise en œuvre | – 10 |
| 3.1 Préparation de surface | – 10 |
| 3.2 Réserves de nitruration | – 11 |
| 3.3 Nitrurations | – 11 |
| 3.4 Parachèvement et traitements complémentaires | – 11 |
| 4. Aspects métallographiques des couches obtenues | – 11 |
| 5. Normalisation et spécifications | – 13 |
| 6. Contrôle et caractérisation des résultats | – 13 |
| 6.1 Contrôle visuel | – 13 |
| 6.2 Contrôles de dureté | – 13 |
| 6.2.1 Mesures réalisées en surface des pièces nitrurées | – 13 |
| 6.2.2 Mesures réalisées sous la couche nitrurée, à cœur du matériau | – 13 |
| 6.2.3 Mesures de la profondeur nitrurée réalisées sur des coupes (filiations) | – 13 |
| 6.3 Contrôles macrographiques | – 16 |
| 6.4 Contrôles micrographiques | – 17 |
| 6.5 Analyse radiocristallographique | – 17 |
| 7. Propriétés des pièces nitrurées | – 17 |
| 7.1 Fatigue | – 18 |
| 7.2 Fatigue superficielle | – 18 |
| 7.3 Frottement | – 18 |
| 7.4 Usure par abrasion | – 19 |
| 7.5 Tenue à chaud | – 19 |
| 7.6 Corrosion | – 19 |
| 8. Défauts et déformations | – 20 |
| 8.1 Contrôle et mise en évidence des défauts | – 20 |
| 8.2 Défauts caractéristiques | – 20 |
| 8.3 Déformations | – 20 |
| 9. Comparaison des divers procédés | – 23 |
| 10. Conclusions | – 24 |
| Pour en savoir plus | Doc. M 1 228 |

Les procédés industriels de nitrurations et nitrocarburation des alliages fer-carbone sont décrits dans l'article [M 1 227]. Ils regroupent une famille de traitements ayant pour effet de convertir la surface en nitrures de fer (ou carbonitrures de fer) sur une épaisseur variable de 2 à 40 μm , selon les paramètres de traitement (potentiel nitrurant, température, temps), constituant ainsi la couche de combinaison, ou couche blanche, dont les mécanismes théoriques de formation ont été décrits en [M 1 224]. Cette couche présente des caractéristiques particulièrement intéressantes, dont la dureté et les propriétés tribologiques. Nous avons vu par ailleurs qu'il était possible de maîtriser la structure cristalline de la couche de combinaison qui est de type cubique à face centrée (γ') ou de type hexagonal centré (ϵ), l'ensemble de cette couche pouvant être monophasée ou biphasée. La nature de la structure est très importante pour l'obtention des performances recherchées. Le pilotage de ces résultats dépend du potentiel nitrurant ou nitrocarbureur du procédé, la plage de réglage étant la plus étendue en nitruration et nitrocarburation gazeuse, d'où l'introduction des coefficients KN relié à l'activité nitrurante, et KC relié à la réaction carburante associée.

Au-delà de cette réaction de surface limitée en épaisseur, les différents procédés présentent une réaction thermochimique de diffusion de l'azote principalement, introduisant un gradient de dureté en profondeur, dépendant fortement de la nature et de la concentration en éléments d'alliage du matériau traité. Les lois de la diffusion, ou lois de Fick, définissent le coefficient de diffusion, fonction de la température et de la composition de l'alliage, et la vitesse de diffusion. Les aspects théoriques de ce mécanisme ont été définis en [M 1 227]. À ce gradient de dureté est associé un gradient de contraintes en compression, qui influe grandement sur les propriétés mécaniques en fatigue. Ainsi, les propriétés d'emploi des pièces nitrurées ou nitrocarburees dépendent fortement des nuances d'acier ou autres alliages utilisés.

Ce chapitre est consacré à l'examen des résultats et propriétés obtenus selon les alliages fer-carbone traités. Les résultats sont fonction pour une part non négligeable de l'état initial du matériau défini par ses opérations de traitement thermiques, et également des conditions de mise en œuvre : préparation avant traitement, paramètres de traitement et parachèvement éventuel. Ces résultats doivent naturellement faire l'objet d'opérations de contrôle. Comme dans tout procédé, il est nécessaire de mettre en évidence les défauts susceptibles d'être générés avec leurs conséquences et de déterminer les actions pour les éviter. La particularité de ces procédés est leur commercialisation par des marques derrière lesquelles il faut savoir identifier les spécificités ; en fin d'article, une comparaison des différents procédés est proposée.

1. Matériaux employés

Le principe même du durcissement par nitruration permet de penser que tous les matériaux pouvant former des nitrures ou des carbonitrures sont susceptibles, a priori, d'être nitrurés. Toutefois, même si quelques applications intéressantes ont été décrites pour le titane et ses alliages [1], ou plus rarement pour l'aluminium, les nitrurations s'appliquent, dans la pratique industrielle, presque exclusivement aux aciers et aux fontes.

L'influence des principaux éléments d'alliage est décrite en [M 1 223]. Rappelons simplement qu'à l'exception du nickel, leur rôle est essentiel sur la dureté et les contraintes obtenues dans la couche de diffusion et qu'ils ont un effet sur la cinétique de nitruration (ralentissement) ainsi que sur la sensibilité aux

défauts de type « cheveux d'ange ». Rappelons également que les éléments d'alliages modifient les domaines d'existence définis par le diagramme de Lehrer.

1.1 Aciers

Pratiquement toutes les nuances d'acier peuvent être nitrurées, cependant nous devons faire la différence entre les **aciers « nitrurables »** et les **aciers de nitruration**.

La norme NF EN 10085 (mars 2002) définit les aciers pour nitruration. Le tableau 1 présente ces nuances qui correspondent sensiblement aux nuances appelées « *nitralloy* » dans les normes SAE. La composition chimique de ces nuances à forte teneur en chrome associé à des additions de molybdène, aluminium et vanadium est susceptible de produire des duretés élevées après nitruration

(> 800 HV). Les nuances contenant de l'aluminium permettent d'obtenir les duretés les plus élevées (> 1 000 HV), un des rares cas où l'aluminium est utilisé comme élément d'alliage.

La nuance de type 33CrMoV12-9 est couramment utilisée dans le domaine aéronautique pour la réalisation de pièces de type roulement et engrenage. Une évolution de cette nuance moins riche en chrome, de type 32CrMoVNi5-12 (Cr% = 1,4 - V% = 1,2 - Ni% = 0,8) proposé par les aciéries Aubert & Duval [2] offrirait pourtant des cinétiques plus favorables (tableau 2).

En fait, l'application de la nitruration ne se limite pas à ces seules nuances. Comme mentionné préalablement, toutes les nuances d'acier sont susceptibles d'être nitrurées. Le choix des nuances répond à différents critères :

- la capacité à obtenir une couche de combinaison ;
- le besoin de résistance en sous-couche ;
- le niveau de durcissement dans la couche de diffusion ;
- la résistance en fatigue résultant d'une combinaison des propriétés en sous-couche et à cœur : profondeur de nitruration, niveaux obtenus de dureté et de contraintes résiduelles en compression ;
- la compatibilité entre la température de nitruration et l'évolution des caractéristiques mécaniques (effet de revenu) ;
- la cinétique de nitruration (influence des éléments d'alliages) ;
- l'effet sur la résistance à la corrosion ;
- l'absence de fragilisation.

Les propriétés des couches de combinaisons dépendent relativement peu du substrat, les paramètres de suivi du procédé sont déterminants. La résistance en sous-couche est obtenue par le choix d'une nuance qui répond aux critères de traitement dans la masse : choix de la composition et de la trempabilité [M 1 223]. La composition chimique aura une influence décisive sur le durcissement de la zone de diffusion d'azote ainsi que sur l'importance des contraintes résiduelles. La compatibilité entre la température de nitruration et l'évolution des caractéristiques est à prendre en compte avec le niveau de résistance en sous-couche souhaité et l'adoucissement par revenu de la nuance. L'effet sur la résistance à la corrosion est surtout important avec les aciers inoxydables, la mise en œuvre des post-oxydations après nitruration est un moyen d'améliorer la résistance à la corrosion des aciers de construction. Le risque de fragilisation est à prendre en compte lors de la nitruration des aciers rapides. Les aciers inoxydables feront l'objet de gammes spéciales à basse température (< 45 °C [M 1 223]) pour les aciers austénitiques ou haute température (1 050 à 1 150 °C, procédé SolNit, § 6 dans [M 1 227]) pour les aciers austénitiques et martensitiques.

Les aciers « nitrurables » se trouveront dans les différentes familles d'acier normalisés :

- les **aciers de construction mécanique** selon NF EN 10 083 – 10 084 [M 315] [M 318] ;
- les **aciers à outils** selon NF ISO 4957 [M 4 586] ;
- les **aciers inoxydables** selon NF EN 10 088 [M 320A].

Tableau 1 – Nuances d'aciers destinés à la nitruration (norme NF EN 10085)

| Désignation de l'acier | | Composition chimique en % (m/m) | | | | | | | | | |
|------------------------|-----------|---------------------------------|---------|-------------|--------|--------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Symbolique | Numérique | C | Si max. | Mn | P max. | S max. | Al | Cr | Mo | Ni | V |
| 24CrMo13-6 | 1.8516 | 0,20 à 0,27 | 0,40 | 0,40 à 0,70 | 0,025 | 0,035 | – | 3,00 à 3,50 | 0,50 à 0,70 | – | – |
| 31CrMo12 | 1.8515 | 0,28 à 0,35 | 0,40 | 0,40 à 0,70 | 0,025 | 0,035 | – | 2,80 à 3,30 | 0,30 à 0,50 | – | – |
| 32CrAlMo7-10 | 1.8505 | 0,28 à 0,35 | 0,40 | 0,40 à 0,70 | 0,025 | 0,035 | 0,80 à 1,20 | 1,50 à 1,80 | 0,20 à 0,40 | – | – |
| 31CrMoV9 | 1.8519 | 0,27 à 0,34 | 0,40 | 0,40 à 0,70 | 0,025 | 0,035 | – | 2,30 à 2,70 | 0,15 à 0,25 | – | 0,10 à 0,20 |
| 33CrMoV12-9 | 1.8522 | 0,29 à 0,36 | 0,40 | 0,40 à 0,70 | 0,025 | 0,035 | – | 2,80 à 3,30 | 0,70 à 1,00 | – | 0,15 à 0,25 |
| 34CrAlNi7-10 | 1.8550 | 0,30 à 0,37 | 0,40 | 0,40 à 0,70 | 0,025 | 0,035 | 0,80 à 1,20 | 1,50 à 1,80 | 0,15 à 0,25 | 0,85 à 1,15 | – |
| 41CrAlMo7-10 | 1.8509 | 0,38 à 0,45 | 0,40 | 0,40 à 0,70 | 0,025 | 0,035 | 0,80 à 1,20 | 1,50 à 1,80 | 0,20 à 0,35 | – | – |
| 40CrMoV13-9 | 1.8523 | 0,36 à 0,43 | 0,40 | 0,40 à 0,70 | 0,025 | 0,035 | – | 3,00 à 3,50 | 0,80 à 1,10 | – | 0,15 à 0,25 |
| 34CrAlMo5-10 | 1.8507 | 0,30 à 0,37 | 0,40 | 0,40 à 0,70 | 0,025 | 0,035 | 0,80 à 1,20 | 1,00 à 1,30 | 0,15 à 0,25 | – | – |

Tableau 2 – Comparaison des cinétiques de nitruration entre la nuance 32CrMoV13 (proche de la nuance 32CrMoV12-9 de la norme NF EN 10085) et la nuance 32CrMoVNi5-12 [2]

| | 32CrMoV13/32CrMoV5 | | | | |
|---------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|----------------|
| Dureté superficielle HV10 | 950/970 | 900/920 | 870/880 | 870/890 | 870/920 |
| Profondeur conventionnelle (mm) | 0,18/0,28 | 0,24/0,37 | 0,46/0,65 | 0,75/0,90 | 0,45 |
| Durée de nitruration (h) | 15 | 30 | 100 | 200 | 100/60 |
| Δ% | + 56 % (profondeur) | + 54 % (profondeur) | + 41 % (profondeur) | + 20 % (profondeur) | – 40 % (temps) |

Le niveau de dureté obtenu après nitruration dépend de la composition chimique de la nuance et du niveau de dureté à cœur en relation avec le traitement préalable à la nitruration (état recuit ou état trempé revenu). Le tableau 3 fournit quelques exemples de valeurs de dureté pouvant être obtenues avec différentes catégories de nuances.

Les aciers frittés feront l'objet de conditions particulières.

1.1.1 Aciers de construction mécanique

Deux grandes catégories doivent être distinguées dans cette famille pour l'aspect nitruration :

- aciers non alliés au carbone ;
- aciers faiblement alliés.

1.1.1.1 Aciers de construction non alliés au carbone

Ces aciers non alliés au carbone (NF EN 10023) sont nitrocarbures bien souvent à l'état recuit et l'on cherche essentiellement à obtenir une couche de combinaison de type ϵ majoritairement monophasée et assez épaisse (10 à 20 μm). La couche de diffusion est de faible dureté, et en pratique on mesure des duretés superficielles qui intègrent les 2 couches et qui sont proches de 350 à 500 HV.

Dans cette catégorie, sont également classées les nuances pour découpage ou emboutissage (nuances DD12 à 14 selon NF EN 10 111), ainsi que les nuances pour décolletage (11SMn37, pour exemple S300 ; 36SMn14 selon NF EN 10087) qui, bien que non destinées aux traitements thermiques, sont couramment nitrurées pour la fabrication de pièces destinées aux industries automobiles.

Il est souhaitable de refroidir rapidement après le palier de nitrocarburation afin de conserver l'intégrité de la couche de combinaison. Les procédés en bain de sels et sous atmosphère, souvent de type austénitique, sont les plus employés. Lorsqu'une épaisseur de diffusion est spécifiée, elle est difficile à mesurer par filiation de dureté. Si nécessaire, on peut la mettre en évidence par un revenu vers 200 °C et relever la profondeur de précipitation des nitrures.

1.1.1.2 Aciers de construction faiblement alliés

Sur ces nuances, faiblement alliées (NF EN 10083-84-85), si cela s'avère nécessaire pour l'utilisation de la pièce, il est possible d'adapter le type de couche de combinaison recherché. Tous ces aciers sont généralement nitrurés à l'état trempé revenu et l'une des principales limitations d'emploi des nuances proviendra donc de la possibilité d'obtenir les propriétés exigées au cœur de la pièce, en tenant compte du fait que la température de revenu de

Tableau 3 – Duretés superficielles HV1 après nitruration de différentes nuances d'aciers nitrurables, par famille et selon la dureté à cœur avant nitruration (d'après NITREX)

| Nuance | Dureté à cœur HV/HRC | Dureté superficielle HV1 après nitruration | Nuance | Dureté à cœur HV/HRC | Dureté superficielle HV1 après nitruration |
|--|----------------------|--|--|----------------------|--|
| Aciers de nitruration (NF EN 10085) | | | Aciers à outils (NF ISO 4957) | | |
| 41CrAlMo7-10 | 350/36 | 1190 - 1290 | X150CrMo12 | 720 - 780 | 1000 - 1300 |
| 34CrAlNi7-10 | 350/36 | 1100 - 1200 | X150CrMoCoV12 | 720 - 780 | 1000 - 1300 |
| 42CrMoV13-9 | 350/36 | 1050 - 1150 | X38CrMoV5 | 480/48 | 1150 - 1280 |
| 32CrMoV12 | 320/32 | 870 - 920 | 40CrMnMo7 | 340/34 | 870 - 930 |
| 30CrMoV9 | 320/32 | 900 - 930 | HS 2-9-2 | 790/63 | 1100 |
| - | - | - | HS 2-9-1-8 | 865/66 | 1100 |
| Aciers alliés de construction (NF EN 10083) | | | Aciers de cémentation (NF EN 10084) | | |
| 30CrMo4 | 300/30 | 640 - 680 | 16MnCr5 | 180 | 660 - 720 |
| 42CrMo4 | 300/30 | 650 - 700 | 20MnCr5 | 240/21 | 750 - 800 |
| 40NiCrMo8 | 310/31 | 650 - 700 | 20NiCrMo2 | 190 | 500 - 520 |
| 30NiCrMo12 | 310/31 | 600 - 650 | 18NiCrMo6 | 210 | 700 - 750 |
| 35NiCrMo16 | 330/33 | 800 - 850 | - | - | - |
| Aciers au carbone (NF EN 10083) | | | Aciers inoxydables (NF EN 10088) | | |
| C10 | 160 | 320 - 380 | X5CrNiMo18-10 | 230 | 1150 - 1250 |
| C20 | 180 | 320 - 380 | X2CrNiMo18-10 | 230 | 1150 - 1250 |
| C30 | 180 | 380 - 420 | X100CrMoV17 | 420/43 | 1150 - 1250 |
| C45 | 200 | 420 - 470 | X7CrNiCu17-4 | 300/30 | 1200 - 1350 |
| C60 | 250/22 | 525 | - | - | - |

Nota : pour les aciers non alliés ou faiblement alliés à basse teneur en carbone, les résultats sont obtenus après nitrocarburation.

la nuance doit dépasser de 20 à 50 °C celle de la nitruration (§ 2.1 dans [M 1 227]).

Dans cette famille d'aciers, figurent les nuances dites de nitruration selon NF EN 10085.

D'autres nuances sont fréquemment utilisées, notamment les familles chrome-molybdène (42CrMo4), manganèse-vanadium type à dispersoïdes (40MnV6) [3], manganèse-chrome (20MnCr5), chrome-molybdène-vanadium (15CrMoV6). Les aciers à dispersoïdes dont les caractéristiques sont obtenues par une mise en forme thermomécanique contrôlée (16MnCrAlV7 et 30MnCrV7) [4] sont capables de donner des valeurs de durcissement importantes après nitruration [5]. La nuance 40MnCrV7 est utilisée pour fabriquer des vilebrequins de moteurs d'automobile renforcés par nitruration. Enfin, il convient de signaler en pratique les nuances d'outillage livrées prétraitées qui sont couramment nitrurées (40CrMnMo8, 40NiCrMo16...).

1.1.2 Aciers à outils

Dans le cadre de la norme NF ISO 4957, les aciers à outils sont classés, selon le mode de travail de l'outil, en 3 grandes familles :

- aciers alliés pour travail à froid ;
- aciers pour travail à chaud ;
- aciers à coupe rapide.

■ Aciers alliés pour travail à froid

Cette catégorie d'aciers se subdivise en 4 sous-catégories :

- (1) résistant à l'usure ;
- (2) très résistant à l'usure ;
- (3) résistant aux chocs ;
- (4) résistant à certaines corrosions.

Les familles (1) et (3) comportent des nuances proches des aciers de construction (42CrMo4, 35NiCr15...), la famille (4) des nuances inoxydables martensitiques. Ces 3 familles sont utilisées en outillage à des niveaux de dureté correspondant à des températures de revenu après trempe inférieures à 200 °C donc incompatibles avec les nitrurations.

Dans la famille (2) on trouve les nuances à 5 ou 12 % de chrome, dont les caractéristiques obtenues après un revenu à 200 °C peuvent être également atteintes après un revenu à haute température et une austénitisation à température plus élevée (figure 1) produisant une austénite résiduelle transformée en martensite lors du revenu. Le tableau 4 donne quelques exemples de traitements de ce type de nuance ainsi que celui d'une nuance d'acier rapide de base [6].

■ Aciers pour travail à chaud

Dans l'ensemble, ces aciers se prêtent bien à la nitruration, étant donné leurs compositions chimiques et leurs conditions de traitement thermique (température de revenu élevée). Les caractéristiques des couches doivent, pour une nuance donnée, être adaptées avec précision au type de travail de l'outil. Dans le cas de la forge et de l'estampage, le tableau 5 d'après [7] donnent des indications quant au choix des nuances en vue de la nitruration et, pour les nuances conseillées, les caractéristiques des couches obtenues et les traitements préalables.

Les aciers les plus utilisés en travail à chaud et destinés à la forge et estampage, à la mise en œuvre des alliages d'aluminium (extrusion, moulage), au moulage des thermoplastiques, sont les nuances à 5 % de chrome (équivalent des nuances H11 et H13 américaines) austénitisées entre 1 000 et 1 030 °C, et revenues entre 590 et 615 °C pour des duretés HRC comprises entre 45 et 48. Les cycles de nitruration sont compris entre 3 et 30 heures, entre 520 et 570 °C, pour obtenir une profondeur nitrurée de 100 à 400 µm.

La profondeur de diffusion apporte la résistance en fatigue, la couche de combinaison joue un rôle de barrière thermique et de réduction du collage de la masse forgée ou de la masse extrudée.

Une étude réalisée par l'IWT de Bremen (RFA) montre l'intérêt, pour les performances des outillages pour forgeage à chaud [8], d'une reproductibilité des conditions de nitruration ou nitrocarburation pour la couche blanche et pour la couche de diffusion, et insiste sur l'importance des paramètres de pilotage du procédé par les coefficients de nitruration (KN) et carburation (KC). Comme annoncé dans [M 1 227] au § 3.4.4, rappelons que KN et KC sont respectivement les coefficients de pseudo équilibre de la réaction de nitruration (à partir de la nitruration dans le cas d'une nitruration. Le plus souvent KC est noté KCB , car il est calculé à partir de l'équilibre de la réaction de Boudouard de dissociation du CO.

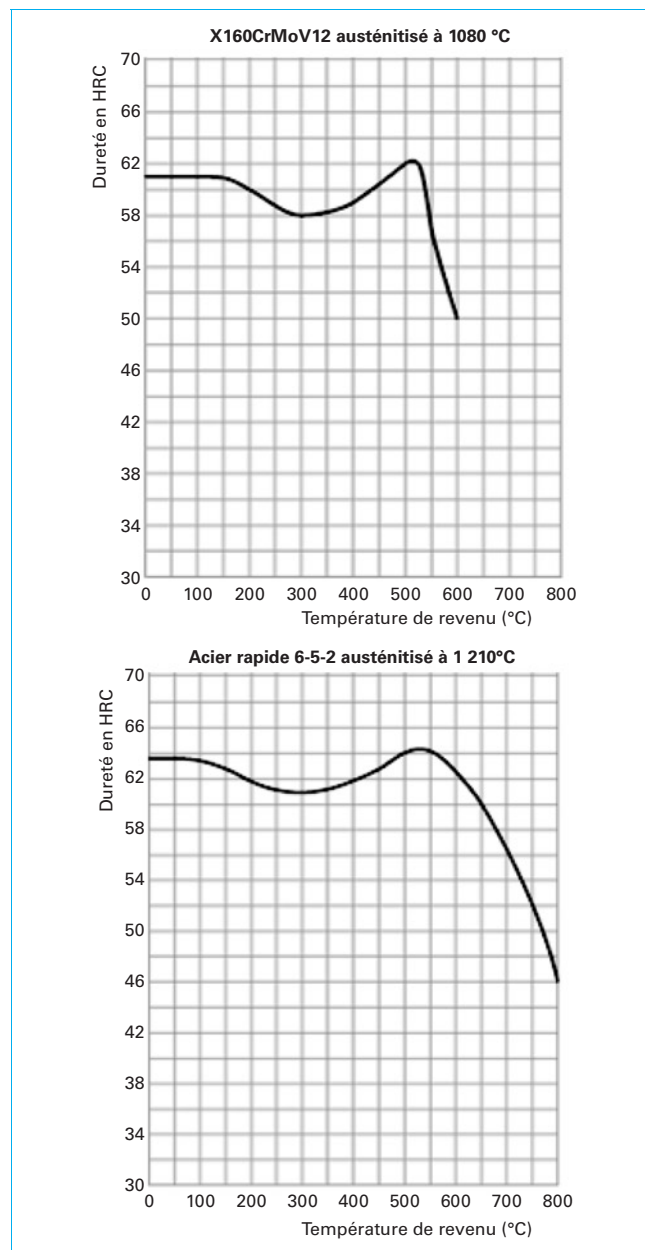


Figure 1 – Nuances présentant un pic de durcissement après revenu (Documents Thyssen)

Tableau 4 – Exemple de gammes réalisées sur des aciers à outils de travail à froid et caractéristiques obtenues

| Type d'acier | Exemple de traitement préalable à la nitruration | Dureté HRC | Dureté de la couche de diffusion (HV1) et épaisseur de la couche de diffusion couramment réalisée |
|--------------|--|------------|---|
| X100 CrMoV5 | Austénitisation 1 000 °C, trempe TPE ou gaz et 2 revenus à 520 °C Austénitisation 980 °C, trempe TPE ou gaz et 2 revenus à 500 °C | 56 à 58 | 850 à 1 200 HV ; 0,015 à 0,15 mm |
| X160 CrMoV12 | Austénitisation 1 050 °C, trempe TPE ou gaz et 2 revenus à 550 °C | 58 à 61 | 950 à 1 300 HV ; 0,015 à 0,15 mm |
| | Austénitisation 1 080 °C, trempe TPE ou gaz et 2 revenus à 550 °C | 59 à 62 | |
| HS6-5-2 | Austénitisation 1 150 °C, trempe TPE ou gaz et 3 revenus à 570 °C | 61 à 63 | 950 à 1 300 HV ; 0,010 à 0,1 mm |

TPE : trempe par étape (trempe étagée)

Tableau 5 – Classement des nuances selon leur aptitude à la nitruration dans le cas d'utilisation en forge et estampage

| | Nuances | A = nitrurable | B = peut être nitruré avec des précautions spéciales | C* = nitruration déconseillée |
|---|-------------------|----------------|--|-------------------------------|
| Nuances figurant dans la norme NF ISO 4957 | 40CrMoV13 | A | – | – |
| | 55CrNiMoV4 | – | – | C |
| | 55NiCrMoV7 | – | – | C |
| | 40NiCrMoV16 | – | – | C |
| | X38CrMoV5-1 | A | – | – |
| | X38CrMoV5-3 | A | – | – |
| | X35CrWMoV5 | A | – | – |
| | X40CrMoV5 | A | – | – |
| | 32CrMoV12-28 | A | – | – |
| | 20MoNi34-13 | – | – | C |
| | X80MoCrV42-16 | – | B | – |
| | X30WCrV9 | – | B | – |
| | HS6-5-2 | – | B | – |
| | HS6-5-2HC | – | B | – |
| Autres nuances | 45NiCrMo18 | – | – | C |
| | 60NiCrMo11 | – | – | C |
| | 32MoCrCoV28 | A | – | – |
| | X45CrCoMoV5-5-3-2 | A | – | – |

* Classement C : composition chimique peu favorable à l'obtention de caractéristiques élevées.

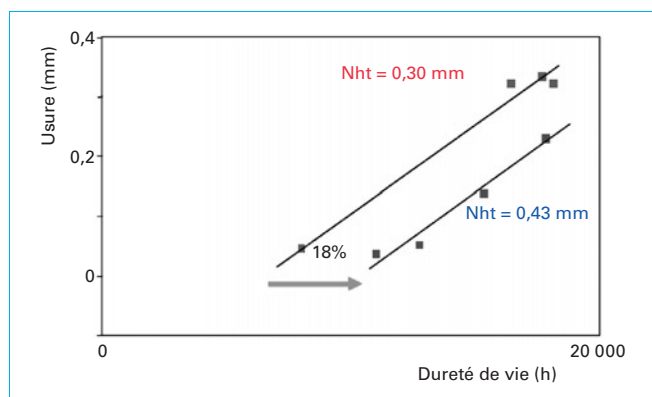


Figure 2 – Effet de la profondeur de diffusion (Nht) (HV cœur + 50) sur la durée de vie d’outillage pour forgeage à chaud en acier X40CrMoV5-3

Une même durée et une même température peuvent aboutir à des résultats très différents et des performances également très différentes. La figure 2 montre l’effet sur la durée de vie de deux couches de diffusion de profondeurs (Nht) différentes obtenues dans les mêmes conditions avec une même valeur de couche blanche.

■ Aciers à coupe rapide

Les températures habituelles des revenus des aciers à coupe rapide permettent la nitruration sans grand problème. On notera cependant qu’ils deviennent très fragiles par nitruration, cela d’autant plus que l’épaisseur traitée est importante. Les profondeurs des couches de diffusion sont limitées de 0,02 à 0,05 mm pour les outils de coupe et peuvent aller jusqu’à 0,1 mm pour les outils de mise en forme [9] (tableau 5). Pour ces nuances, les procédés à fort potentiel nitrurant tels que les bains de sels, doivent être maîtrisés pour ne pas développer de couches sensibles à l’écaillage. Dans ce cas, le temps de traitement est de l’ordre de quelques minutes. Le procédé le plus adapté est une nitruration ionique.

1.1.3 Aciers inoxydables

La teneur élevée en chrome de cette catégorie d’aciers favorise l’obtention de duretés élevées après nitruration (1 000 à 1 100 HV). En pratique, et essentiellement pour des raisons économiques (cinétiques lentes de nitruration), les profondeurs nitrurées sont limitées à des valeurs comprises entre 0,01 et 0,3 mm. Les températures de traitement peuvent coïncider avec l’apparition de fragilité pour certaines nuances sensibles à ce phénomène [M 320A]. Par ailleurs, dans la quasi-totalité des cas, la nitruration conduit à une détérioration du comportement du matériau en corrosion due à la précipitation de nitrures de chrome, d’où les traitements spéciaux mis au point pour les aciers austénitiques.

La première difficulté pour nitrurer cette famille est la dépassivation des surfaces. Les nitrurations sous plasma ont un avantage car la mise sous vide, associée à une pulvérisation cathodique sous hydrogène ou sous argon, permet de décaper la surface. Dans le cas des traitements en bains de sels, les sels eux-mêmes ont un effet dépassivant. Certaines pratiques prévoient un prétraitement en bain de sels avant nitruration. Toutefois, les températures de traitement ne sont pas nécessairement adaptées aux bains de sels (traitement basse température des austénitiques). Pour les nitrurations gazeuses, la phase de dépassivation, avec injection durant la montée en température de liquides décapants (chlorés par exemple), fait partie des savoir-faire. Pour la nitruration basse température des austénitiques, un brevet repose sur un revêtement préalable des surfaces avec un dépôt catalytique (base nickel par exemple).

La présence de fortes teneurs en éléments d’alliage de cette catégorie d’acier rend quasi impossible la réalisation de couche de combinaison d’épaisseur notable. En outre, les bonnes propriétés de résistance à la déformation à chaud de ces nuances favorisent l’apparition de contraintes résiduelles importantes (difficultés de relaxation en cours de traitement) et parfois l’apparition de fissures ou de décollement de couches. De ce point de vue, les conditions de nitruration et les traitements préalables sont d’une grande importance.

Parmi les familles d’aciers inoxydables le plus souvent nitrurées, nous pouvons distinguer :

- aciers martensitiques ;
- aciers à durcissement par précipitation ;
- aciers austénitiques ;
- nuances ferritiques et austéno-ferritiques.

■ Aciers martensitiques

Les nuances X20 à X40Cr13, X17CrNi16-2 et X105CrMo17 sont nitrurées à l’état trempé revenu ; la précipitation de nitrures de chrome dans la couche de diffusion abaisse notablement les caractéristiques de corrosion. Toutefois, ce traitement permet d’obtenir un bon compromis entre résistance à l’usure et résistance à la corrosion. Les nuances à plus haut carbone sont notamment utilisées pour le moulage des matières plastiques chlorées ou fluorées, relativement corrosives.

■ Aciers à durcissement par précipitation

Les aciers du type X5CrNiCuNb16-4 (17-4PH) réagissent, par rapport à la nitruration, de façon analogue aux aciers martensitiques. Avec ces nuances, il est important de prendre en compte l’action possible de la nitruration sur le durcissement par précipitation et d’étudier les gammes en conséquence. Dans certains cas, il est possible de réaliser, au cours d’un même traitement, le durcissement par précipitation et la nitruration.

■ Aciers austénitiques

Pour la famille des aciers austénitiques, 2 types distincts de nitruration sont réalisés :

- les **nitrurations classiques**, c’est-à-dire effectuées dans des conditions telles qu’il se produit au cours du traitement une précipitation de nitrures de chrome ayant des effets néfastes sur le comportement en corrosion des alliages traités. Ce type de traitement s’applique sur des pièces peu sollicitées du point de vue de la corrosion. Il permet d’apporter de bonnes propriétés de glissement sur des aciers qui en sont particulièrement dépourvus. D’un point de vue métallurgique, et pour des températures de traitement comprises entre 530 et 600 °C, sont obtenues des couches de structure complexe associant une fine couche de conversion en nitrures complexes de fer, chrome et nickel, de l’austénite enrichie à l’azote en limite de saturation, et des précipitations de nitrures de chrome, puis vers la structure de base des couches contenant de la ferrite, et une austénite écrouie par les contraintes développées lors des précipitations de nitrure [10] ;
- les **procédés spéciaux de nitruration assistée plasma (ionique) ou gazeuse** avec contrôle du potentiel nitrurant ont été développés. Ils permettent, en agissant sur la température de traitement (comprise entre 400 et 450 °C) et sur l’apport d’azote, d’éviter la précipitation de nitrures de chrome, et ainsi de conserver les propriétés de résistance à la corrosion du matériau de base [11] [12] [13]. La structure obtenue consiste d’après [14] en une solution solide austénitique sursaturée en azote (de l’ordre de 10 à 12 % d’azote en masse) dans laquelle les atomes d’azote se répartissent de façon désordonnée sur les sites octaédriques. Cette austénite à l’azote comporte des macles d’origine thermomécanique. Les couches réalisées industriellement ont une épaisseur faible (quelques centièmes de mm). Elles sont constituées d’une seule couche d’austénite sursaturée (figure 3 d’après [13]) pouvant atteindre 12 % d’azote en poids. La dureté obtenue est en relation directe avec la quantité d’azote en insertion (figure 4 d’après [15]).

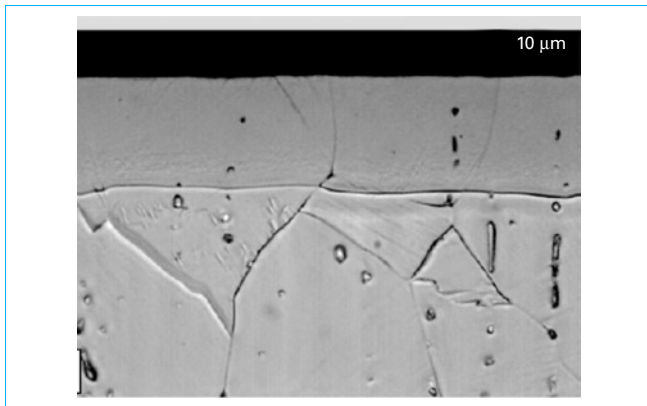


Figure 3 – Couche obtenue sur un acier AISI 316 (Nituration 22 h à 445 °C dans un mélange NH₃-N₂-H₂, KN = 2,9)

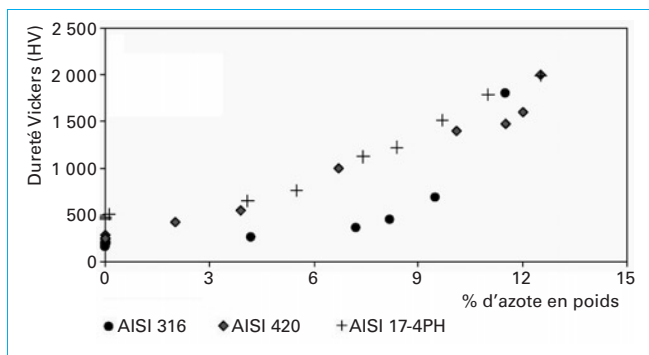


Figure 4 – Influence de la teneur en azote dans l'austénite sur 3 nuances d'aciers inoxydables

D'après [13], lors d'une nituration gazeuse, le *KN* doit être compris entre 0,3 et 2,5 bar^{-0,5} pour obtenir une couche satisfaisante. Au-delà, on voit apparaître des fissures et l'état de surface se dégrade. Les duretés obtenues sont supérieures à 1 000 HV sous faible charge (HV 0,2). Les nuances de type à durcissement structural (17-4PH) ont également une capacité de durcissement équivalente aux aciers austénitiques standards.

■ Les nuances ferritiques et austéno-ferritiques sont également susceptibles d'être niturées mais en pratique moins souvent utilisées.

1.1.4 Cas particuliers des aciers frittés

Les alliages ferreux frittés alliés ou non alliés se comportent comme les aciers équivalents au regard de la nituration. Ils sont cependant sensibles au dégazage lors du traitement venant polluer le milieu de nituration. Il est nécessaire de réaliser avant traitement un maintien de 1 à 2 h dans un four à une température comprise entre 350 et 500 °C pour dégazer la pièce, et les meilleurs résultats sont obtenus en réalisant ce traitement sous atmosphère de vapeur d'eau. Les oxydes formés obturent les pores de l'alliage et bloquent son dégazage.

Il faut s'attendre, avec les alliages frittés, à obtenir des couches de combinaison plus poreuses (figure 5).

Les applications sont essentiellement destinées à l'amélioration du comportement en frottement des pièces.

Nota : Il ne faut pas confondre aciers frittés et acier élaborés par métallurgie des poudres, ces derniers fabriqués par compactage isostatique à chaud ont une densité équivalente aux aciers corroyés et un comportement lors des traitements thermiques non différencié.

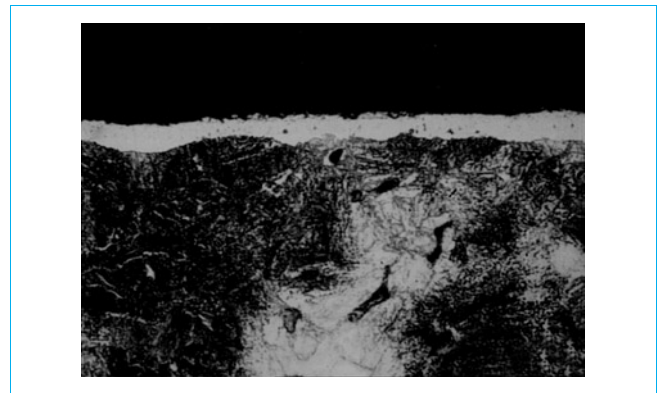


Figure 5 – Couche niturée d'un acier fritté

1.2 Fontes

Les fontes mécaniques graphitiques se distinguent selon la forme du graphite :

- fontes à graphite lamellaire FGL ;
- fontes à graphite sphéroïdal FGS ;
- fontes à graphite vermiculaire FGV.

Il est admis généralement que toutes les fontes peuvent être niturées avec les mêmes types de précaution de traitement préalable du matériau. Il va de soi en effet que les fontes, dont les propriétés sont obtenues par des traitements à basse température comme la fonte bainitique (ADI) (le palier bainitique étant à 360 °C environ) ou fonte trempée puis revenue à basses températures (inférieures aux températures de nituration), sont susceptibles de voir leurs propriétés de base évoluer lors du traitement de nituration.

■ Les principales applications industrielles sont réalisées sur les fontes à graphite lamellaire à matrice perlitique (chemises de moteurs à combustion interne, par exemple) ou sphéroïdal à matrice ferrito-perlitique ou perlitique obtenues à l'état brut de coulée ou à l'état trempé revenu. Le graphite présent participe à la réaction de nituration qui devient de fait une nitrocarburation. On obtient donc très facilement avec ces matériaux des couches de type ϵ s'appuyant sur une couche de diffusion quasi inexistante (figure 12b dans [M 1 227]). Il faut cependant signaler que, pour les temps longs de nituration, il existe un risque de décomposition de la perlite par graphitisation dont il faut parfois tenir compte [M 1 145].

Si la fonte n'est pas alliée, seul le bénéfice de la couche de combinaison pourra être obtenu. La dureté typique des couches niturées obtenues à 570 °C varie de 350 à 560 HV. La forme du graphite doit être la plus fine possible pour obtenir des couches de combinaison suffisamment compactes.

La présence d'éléments d'alliage spéciaux conduisant à une forte interaction avec l'azote favorise généralement la formation de carbures dans la fonte, ce qui limite les possibilités de composition chimique des fontes dites de nituration à des teneurs limitées en éléments carburigènes [16]. Les duretés obtenues dans la couche de diffusion après nituration de tels alliages sont couramment supérieures à 700 HV et peuvent atteindre 1 000 HV.

■ Tous les procédés sont applicables aux fontes. En bain de sels, les couches s'obtiennent facilement, mais elles ont tendance à être poreuses par suite de la dissolution du graphite par les agents chimiques du bain. Il sera nécessaire de veiller à nettoyer le bain par dégrassage périodique ou filtration en continu (§ 2.3.2 dans [M 1 227]), dans le cas de traitement en continu de pièces en

fonte, de façon à éliminer les impuretés qui contribuent à l'obtention de couches poreuses. De nombreuses applications existent sur les fontes grises lamellaires (GS), notamment sur les chemises de moteurs à combustion interne, sur lesquelles une réduction des consommations d'huile est généralement constatée. Pour cette application, des couches compactes et peu épaisses (6 μm) sont recherchées.

La nitruration gazeuse à 570 °C éventuellement modifiée en oxynitruration ou oxycarbonitruration par apport de N_2O , CO_2 ... permet d'obtenir des couches de combinaison ϵ dans lesquelles le carbone est apporté par le matériau de base.

En nitruration ionique, on peut réaliser le traitement à différentes températures : pour obtenir des couches à tendance γ' sur des fontes alliées, on travaille alors vers 480 °C ; pour des couches ϵ , de 550 à 570 °C avec éventuellement apport de CH_4 ou de H_2S .

Dans le cas de nitruration ionique des fontes grises, il est souvent nécessaire de mettre en œuvre une phase de pulvérisation cathodique en début de cycle pour extraire les polluants contenus dans les porosités de la surface.

Il est à noter que la nitrocarburation et la trempe superficielle sont les seuls traitements thermiques superficiels applicables aux fontes.

2. Traitements thermiques préalables

2.1 Trempe et revenu

À l'exclusion des nitrurations sur aciers inoxydables austénitiques et des nitrocarburations sur aciers au carbone non alliés, l'état de traitement thermique du matériau, sur lequel sera effectuée une nitruration, est particulièrement important et, dans beaucoup de cas, déterminant pour la qualité du produit final. Généralement, la plupart des aciers sont utilisés à l'état trempé revenu et nous avons déjà signalé qu'il était dans ce cas nécessaire que le dernier revenu ait été pratiqué à une température supérieure à celle de la nitruration, afin que les caractéristiques du métal de base n'évoluent pas. Les temps de traitement pouvant être très longs, la concordance des paramètres température-temps de nitruration et de revenu avant nitruration doit être prévue. Généralement, une température de revenu supérieure de 30 à 50 °C à la température de nitruration prévue permet d'éviter une évolution des caractéristiques mécaniques lors du maintien de nitruration. Pour des temps de nitruration les plus longs, il sera prudent de s'appuyer sur les valeurs d'équivalence température-temps données dans la littérature [M 1 115], afin d'imposer une température et/ou un temps de maintien de revenu avant nitruration, ou encore d'imposer la température de nitruration en tenant compte de la prévision du temps de nitruration compte tenu des conditions préalables de revenu.

Certains aciers à outils (X38CrMoV5, X100CrMoV5, X160CrMoV12...) présentent, en réalisant un cycle de traitement thermique comprenant une austénitisation à haute température et un ou plusieurs revenus, un pic de durcissement secondaire lors du revenu (figure 1) en réalisant un cycle comprenant une austénitisation à haute température et un ou plusieurs revenus. Il sera donc important pour ces nuances de tenir compte des exigences dues à la nitruration, dès le stade du traitement dans la masse, pour l'obtention de la dureté à cœur, et d'ajuster la température de nitruration à la température du revenu le plus élevé.

L'étude des mécanismes du revenu montre que, au cours des derniers stades, vers les hautes températures, les éléments d'alliage de l'acier peuvent diffuser ; ils viennent alors participer à la constitution des carbures. De ce fait, ils ne sont plus disponibles lors du traitement de nitruration pour contribuer au durcissement de la

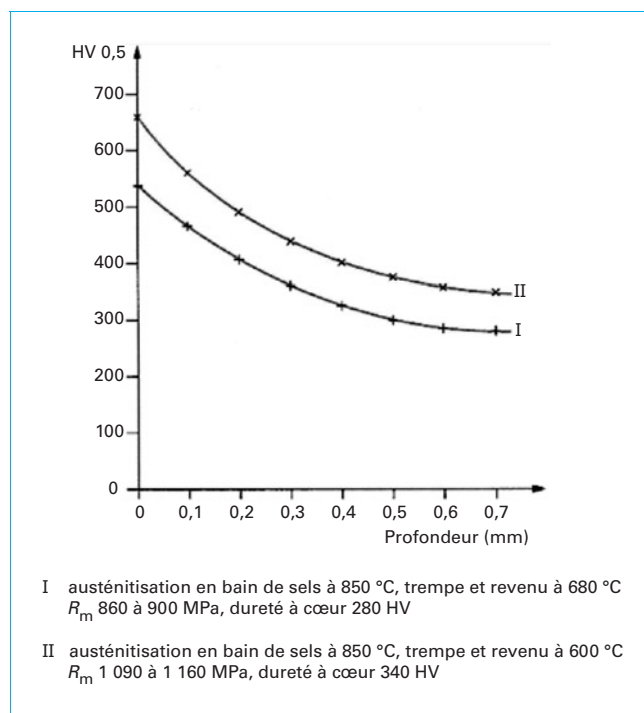


Figure 6 – Profils de dureté obtenus sur un échantillon (diamètre 40 mm, épaisseur 14 mm) en acier 42CrMo4 traité selon 2 modalités avant nitruration [17]

couche nitrurée. Cet effet est surtout sensible pour les aciers peu ou moyennement alliés, et des écarts de durcissement importants peuvent être observés selon l'état d'origine de l'acier, ainsi que le montre la figure 6.

2.2 État recuit

Sont nitrurés essentiellement à l'état recuit les aciers peu alliés pour lesquels sont recherchés des caractéristiques pour la couche de combinaison, et pas particulièrement de caractéristiques pour la couche de diffusion. Néanmoins, il arrive parfois exceptionnellement que des aciers alliés soient nitrurés dans cet état. Dans ce cas, la réponse à la nitruration au niveau de la couche de diffusion dépend, comme nous l'avons mentionné pour l'état trempé revenu, de l'engagement des éléments d'alliage dans les carbures. À titre d'exemple, un acier du type X160CrMoV12, nitruré pendant 12 h à 540 °C à l'état recuit globulaire poussé, peut donner des duretés superficielles de 350 à 500 HV, alors que sont obtenues couramment à l'état trempé revenu des duretés supérieures à 1 000 HV. De même, pour des nuances type 42CrMo4 à l'état recuit, les duretés des couches dépassent rarement 400 à 500 HV (pour environ 600 à 700 HV à l'état trempé revenu).

2.3 Stabilisation, relaxation ou détensionnement

Après nitruration, il n'y a généralement pas de reprise d'usinage, sauf parfois un léger polissage ou exceptionnellement une faible rectification. On cherchera donc à minimiser les déformations liées au traitement, d'autant qu'un des avantages essentiels de la nitruration est la conservation de la géométrie (une fois tenu compte des gonflements, voir § 8.3). Il convient donc d'éliminer les contraintes résiduelles liées à la mise en œuvre de la pièce à traiter avant l'opération

de nitruration. Il existe de nombreux tableaux empiriques en usage pour déterminer, en fonction des températures et temps de nitruration, les conditions du traitement de détensionnement à appliquer. Les observations développées dans le § 2.1 concernant les conditions de revenu sont applicables. Les traitements de relaxation sont décrits en [M 1 127]. Le choix d'un écart de + 30 à - 50 °C au-dessus de la température de nitruration convient.

3. Mise en œuvre

3.1 Préparation de surface

Le fait que les nitrurations sont pratiquées à de basses températures implique que les effets de brûlage des polluants de surface et de « recristallisation par effet de recuit » du matériau (qui se produisent pour les traitements réalisés à haute température) n'interviennent pas ou peu. Dans ces conditions, la préparation de surface avant traitement est un élément déterminant dans la qualité des nitrurations obtenues.

Parmi les points importants qui peuvent intervenir, nous pouvons citer [18] :

- la **rugosité** : elle influe sur la réactivité de la surface (et sur la rugosité finale). Une augmentation de rugosité favorise la réaction de nitruration et, en particulier, la germination et la formation de couche blanche et, en début de cycle, la croissance de la couche de diffusion ;
- le **mode d'obtention de la surface** : la déformation à froid semble gêner l'apport d'azote en surface. Il semble que lors d'un usinage les effets de coupe soient préférables aux effets

« de glaçage ». L'électroérosion peut également avoir une influence défavorable ;

- les **pollutions physico-chimiques provenant des produits de mise en forme ou de nettoyage** : les huiles de coupe et de mise en forme, les produits de protection au stockage... qui, selon leur nature, rendent plus ou moins difficile le transfert des éléments interstitiels pendant le traitement. Dans des conditions identiques de nitruration, il est possible, selon les préparations réalisées, d'obtenir des couches de combinaison et de diffusion sensiblement différentes ;
- les **couches passives** : les réactions entre le milieu nitrurant et le métal sont profondément altérées par la présence d'une couche passive produite par une réaction chimique préalable. Le problème se pose d'autant que la teneur en chrome et en nickel des aciers augmente, et plus particulièrement avec les aciers inoxydables.

Ainsi, les effets les plus sensibles sont la **pollution** (dont les effets sont souvent directement liés aux conditions d'obtention de l'état de surface) et la **passivation**.

Par rapport aux effets qui viennent d'être signalés, les différents procédés de traitement pourront être plus ou moins impactés (à titre d'exemple, le traitement des aciers inoxydables pose peu de problèmes avec les procédés qui utilisent les basses pressions ou les bains de sels). Par ailleurs, pour un procédé donné, il est parfois possible, en modifiant les paramètres de la mise en œuvre des pièces, d'améliorer les résultats des nitrurations.

Le tableau 6 indique, en fonction de la nature des problèmes posés, quelques actions possibles quant à la préparation de surface, ainsi que des indications concernant la réponse des divers procédés.

Tableau 6 – Types de préparation avant nitruration en fonction des problèmes rencontrés

| Type de problème | Action possible au niveau de la préparation | Action possible au niveau du procédé de traitement |
|--|--|--|
| Rugosité (faible réactivité liée à une faible rugosité : influence de la surface développée) | <ul style="list-style-type: none"> – augmentation de la rugosité au niveau de l'usinage – sablage ou microbillage des pièces – attaque chimique – oxydation préalable | <ul style="list-style-type: none"> – bains de sels et procédés ioniques moins sensibles à la rugosité que les procédés gazeux – pour les traitements gazeux, réalisation d'une pré-oxydation |
| Mode d'obtention de la surface (passivation par écrouissage en extrême surface) | <ul style="list-style-type: none"> – action au niveau de la gamme d'usinage (vitesse de coupe, changement de mode d'usinage...) – recuit ou autre traitement thermique de fond – activation chimique – sablage ou microbillage des pièces | <ul style="list-style-type: none"> – augmentation de la phase de pulvérisation dans le cas des traitements ioniques – faible sensibilité du bain de sels au mode d'obtention des surfaces – pour les nitrurations gazeuses, réalisation d'une activation par pré-oxydation |
| Pollution par des produits de mise en forme, d'usinage, de protection... | <ul style="list-style-type: none"> – adaptation du mode de dégraissage ou de nettoyage en fonction des polluants – préparation par action mécanique (sablage fin, grenailage, microbillage) | <ul style="list-style-type: none"> – faible sensibilité du bain de sels à ces pollutions – action possible au niveau de la phase de dépassivation sous plasma avec les traitements ioniques |
| Couches passives | <ul style="list-style-type: none"> – utilisation de lessives ou autres solutions dépassivantes – phosphatation légère – préparation des pièces pour la nitruration gazeuse par enduction de composés formant des cyanates au chauffage – préparation par traitement en bains de sels | <ul style="list-style-type: none"> – procédés faisant intervenir les basses pressions moins sensibles à ces problèmes – bains de sels généralement moins sensibles (il existe toutefois des difficultés sur certains types d'aciers inoxydables) – en nitruration gazeuse, utilisation d'atmosphères particulières contenant des composés halogénés au début du cycle de traitement |

Tableau 7 – Différentes méthodes permettant d'effectuer des nitrurations partielles

| Procédé de nitruration | Méthodes applicables |
|---------------------------|--|
| Nitruration bains de sels | Immersion partielle dans le bain des parties à nitrurer Protection limitée au bouchonnage des orifices |
| Nitruration gazeuse | Masquage par dépôts électrolytiques de cuivre ($e > 25 \mu\text{m}$) – bronze ($e > 12,5 \mu\text{m}$) Peintures et pâtes de protection (éliminées par lavage après traitement) Attention au risque de coulures pour les pâtes contenant de l'étain |
| Nitruration ionique | Masquage par caches métalliques en acier relativement ajustés pour éviter toute création de plasma entre les surfaces à protéger et le masque. Dépôts électrolytiques et pâtes (exclure les pâtes contenant de l'étain et limiter la tension d'arc à 600 V) |

Dans la plupart des cas, un simple dégraissage est réalisé avant nitruration ; toutefois, il est parfois nécessaire, pour obtenir de bons résultats et une bonne reproductibilité de la nitruration, d'établir des gammes de préparation complexes qui constituent l'essentiel du savoir-faire d'une pièce particulière.

3.2 Réserves de nitruration

Dans certains cas, il sera souhaitable de ne pas nitrurer une partie d'une pièce (pour ne pas fragiliser une zone fine, pour effectuer des usinages qui pourraient être gênés par la nitruration...) ; des réserves de traitement seront effectués. Ces réservations peuvent s'obtenir par traitement partiel. Le tableau 7 indique les principales méthodes utilisées avec leurs principaux avantages et inconvénients, ainsi que les procédés de traitement auxquels elles s'appliquent. S'ajoute à ces méthodes la possibilité d'éliminer la couche nitrurée sur les parties concernées par rectification à la meule.

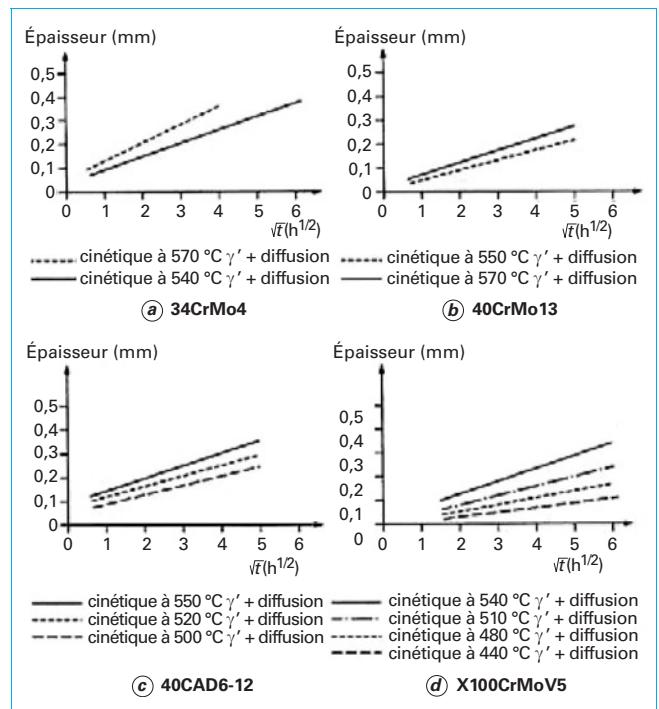
La mise en œuvre de ces protections de nitruration peut se montrer complexe sur certaines pièces et, pour cette raison, il faut que le concepteur des pièces nitrurées comportant des réserves indique clairement les zones à nitrurer, celles à protéger impérativement et celles sur lesquelles la présence de nitruration est indifférente. Cette façon de pratiquer permet parfois de simplifier notablement les gammes de mise en œuvre de traitement.

3.3 Nitrurations

Les différentes techniques de mise en œuvre ont été décrites dans les paragraphes précédents. Les principaux paramètres à surveiller sont, comme dans tous les traitements de diffusion, le temps, la température et l'activité du milieu [M 1 223] et [M 1 224]. Des exemples de nitruration sur différentes nuances sont présentés pour la nitruration ionique (figure 7), la nitruration gazeuse (figure 8), la nitruration en bain de sels (figure 9).

3.4 Parachèvement et traitements complémentaires

En dehors des parachèvements oxydants, destinés à produire une fine couche d'oxyde Fe_3O_4 par une étape de refroidissement vers 400°C en milieu oxydant, éventuellement suivie après un

**Figure 7 – Cinétique de nitruration ionique** (doc. Bodycote)

léger polissage d'un nouveau séjour en milieu oxydant à la même température (§ 7), très peu de traitements complémentaires aux nitrurations sont effectués, puisque ces traitements produisent des couches relativement minces sur des pièces souvent considérées comme terminées d'usinage. Nous signalerons cependant :

- l'élimination d'inconvénients liés au procédé de traitement utilisé (élimination des sels de traitement dans les trous borgnes par exemple) ;
- un revenu éventuel (§ 8) avec effet d'adoucissement ou de durcissement ;
- l'élimination de la couche blanche par voie mécanique ou chimique sur certains aciers de nitruration pour lesquels est recherchée surtout une couche de diffusion ;
- le polissage pour obtenir un aspect de surface ;
- la réalisation de revêtements durs par PVD [M 1 135] : la couche de nitruration constitue alors une base de soutien pour ces dépôts dont l'épaisseur est très faible (2 à $7 \mu\text{m}$) [22] ;
- des traitements de stabilisation à 565°C avant rectification finale, de façon à permettre un rééquilibrage des contraintes.

4. Aspects métallographiques des couches obtenues

Selon les principes évoqués au § 1 dans [M 1 227] quatre configurations principales peuvent être obtenues avec les nitrurations.

■ **Une couche de diffusion seule** (figure 10a) sur la base de conditions opératoires favorisant une faible activité du milieu nitrurant. Ces couches pourront également contenir, selon les éléments diffusants utilisés lors de la réalisation du traitement, des carbures libres conformément au diagramme Fe-C-N. Par ailleurs, on peut obtenir des précipitations de carbures ou de nitrocarbures par migration du

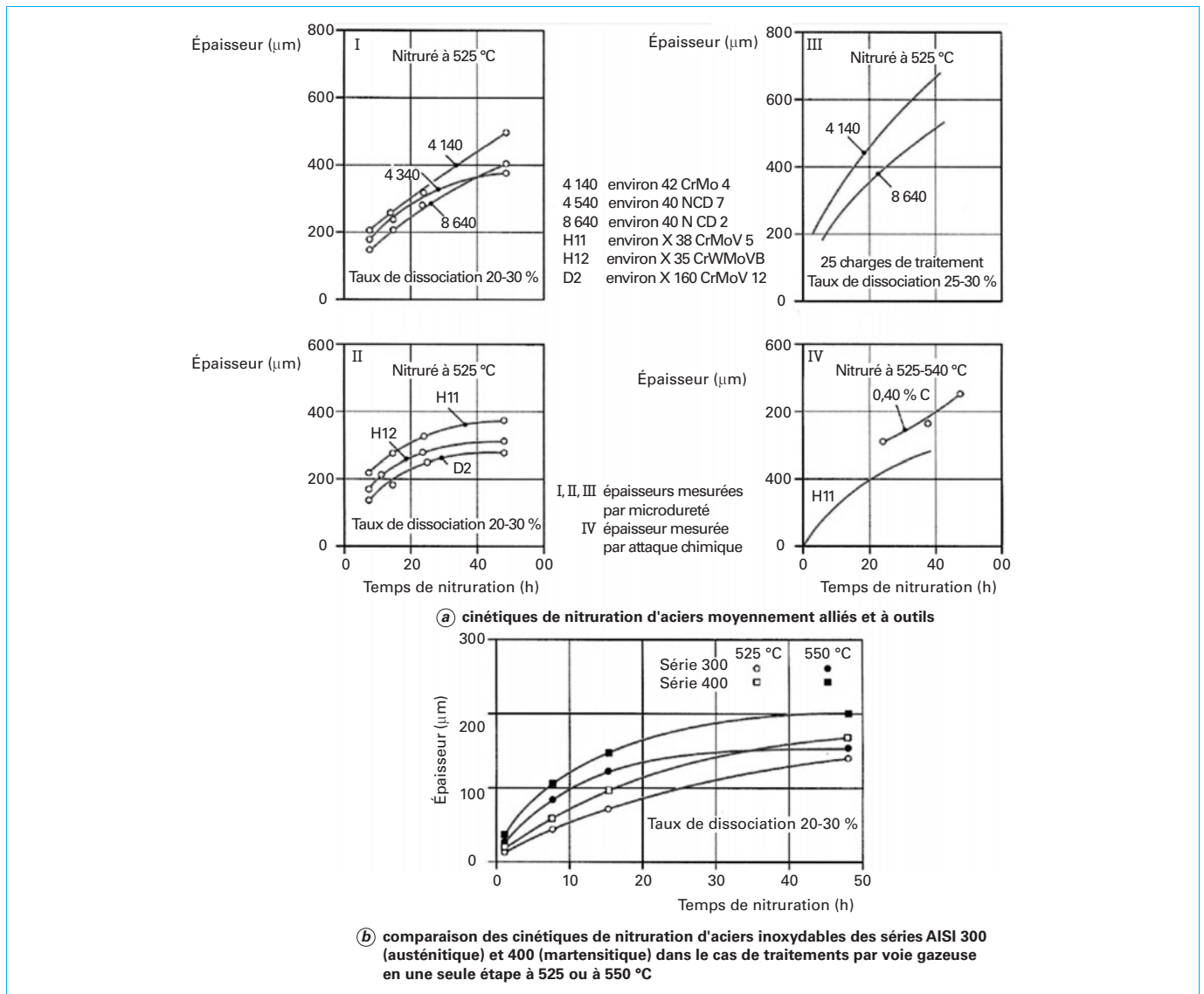


Figure 8 – Cinétique de nitration : cas de traitements en phase gazeuse [19]

carbone de l'acier lors de la nitration appelées parfois, en pratique, « cheveux d'ange » (figures 10b, 10c, 10d). Cette précipitation est surtout à craindre pour les forts potentiels nitruants et donc, plus particulièrement, sur les couches de diffusion servant de support à des couches de combinaison et pour des temps longs de nitration.

■ Une couche de combinaison γ' s'appuyant sur une couche de diffusion (figure 10d). La couche γ' est généralement assez compacte. Cette configuration peut être obtenue très facilement avec le procédé de nitration ionique et également avec quelques procédés de nitration gazeuse parfaitement contrôlés [23]. En revanche, cette configuration ne peut pas être obtenue en bain de sels.

Dans le cas de l'acier doux, la phase γ' peut apparaître dans la couche de diffusion sous forme de bâtonnets (figure 10e) (rejet d'azote par la solution solide α au cours du refroidissement).

■ Une couche de combinaison ε s'appuyant sur une couche de diffusion. Cette couche est très facilement réalisée dans les systèmes ternaires Fe-C-N, Fe-C-S, Fe-C-O avec l'ensemble des procédés de

traitement. Bien souvent, des porosités sont associées à ces couches ε . Les clichés e, f, g de la figure 10 donnent des exemples de telles couches avec plus ou moins de porosités.

■ Une couche de combinaison constituée d'un mélange $\varepsilon + \gamma'$ s'appuyant sur une couche de diffusion (figures 10h, 10i). En premier lieu, il convient de remarquer que sauf dans quelques cas particuliers [24], les attaques métallographiques les plus souvent utilisées ne permettent pas de distinguer, même de façon approximative, les proportions des différentes phases, ni même de les identifier (et cela même dans le cas de couches monophasées évoquées ci-dessus). Il faut avoir recours pour plus de certitude à l'analyse radiocristallographique. On remarquera que les couches biphasées peuvent également comporter des porosités, d'autant plus que la proportion de phase ε sera importante et que sa teneur en azote sera élevée.

Cela étant, nous pouvons noter que la répartition du mélange de phases est également très importante. En effet, si l'on prend

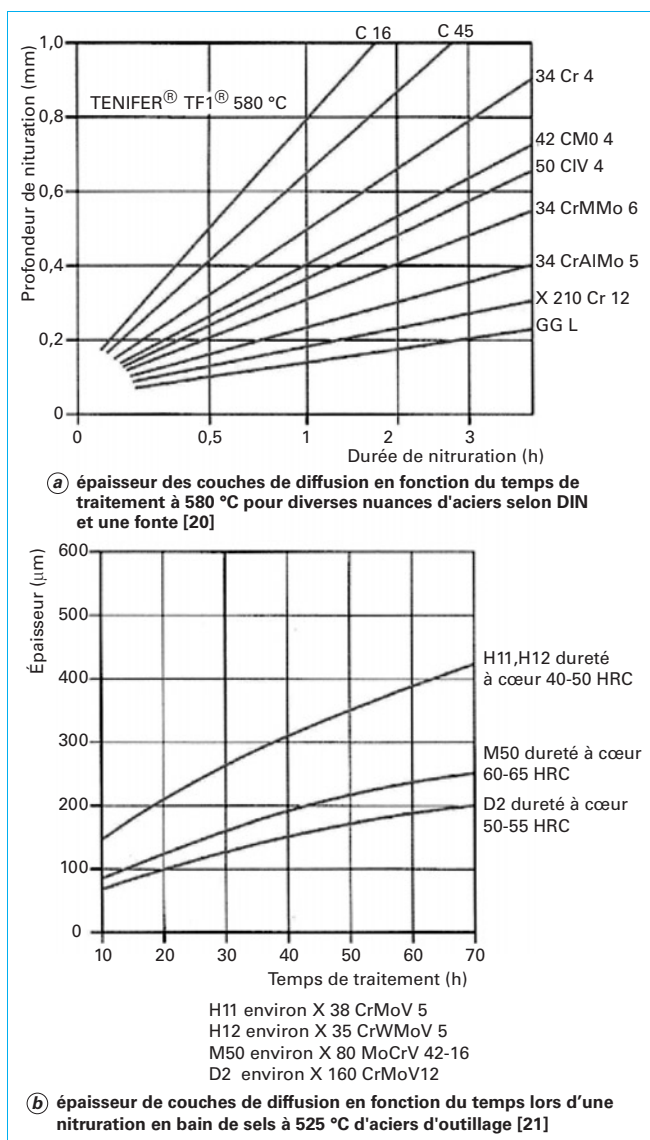


Figure 9 – Cinétique de nitruration : cas de traitements en bains de sels

l'éventualité d'une proportion de 50 % de chacune des 2 phases, une répartition en mélange intime donnera de faibles propriétés de frottement, alors qu'une répartition stratifiée conduira à un comportement sensiblement identique à celui d'une couche ϵ monophasée (figures 10*h*, 10*i*).

Les procédés de nitruration et de nitrocarburations gazeuses contrôlés permettent d'obtenir des mélanges du type stratifié. Les proportions de phases varient selon les divers procédés gazeux dans une gamme typiquement comprise entre 50 et 80 % de phase ϵ dans le mélange. Dans les procédés de nitrocarburation et d'oxynitrocarburation en bain de sels, les quantités de phase γ' dans les mélanges sont toujours très faibles (quelques %). En traitement ionique, on a peu tendance à produire (ou même à rechercher) des mélanges, car la formation de couches quasi monophasées est très facile. Dans les procédés de sulfonitrocarburation ou oxysulfonitrocarburation, des mélanges de phases sont très rarement obtenus.

Le tableau 8 présente l'inventaire et le classement des principales marques de procédés fréquemment rencontrées en France.

5. Normalisation et spécifications

La norme expérimentale NF A 02-051 a été retirée, un nouveau projet est en cours d'élaboration.

Dans les industries aéronautiques adhérentes du référentiel PRINADCAP, ce sont les normes SAE-AMS qui servent de référence.

Une liste de documents normatifs et de normes est donnée dans [M 1 227].

6. Contrôle et caractérisation des résultats

6.1 Contrôle visuel

Avec certains procédés de traitement, ce type d'examen permet d'apprécier l'homogénéité de répartition de la nitruration, en vérifiant la présence et la régularité de la couleur grise caractéristique apportée par la nitruration. Il va de soi que les résultats de telles observations méritent souvent une confirmation.

6.2 Contrôles de dureté

6.2.1 Mesures réalisées en surface des pièces nitrurées

La mesure de la dureté superficielle (le plus souvent Vickers) est une mesure globale qui intègre les propriétés de la couche de diffusion et celles de la couche de combinaison, lorsque cette dernière est présente. Cet essai doit être réalisé en tenant compte du fait que les couches à contrôler sont d'une faible épaisseur et, par conséquent, la charge d'essai doit être adaptée à chaque cas (tableau 9). En atelier, des contrôles sous charges croissantes sont parfois utilisés pour évaluer grossièrement l'épaisseur de traitement.

La figure 11 montre l'influence de la charge d'essai sur la valeur de dureté mesurée après une nitruration selon le procédé NITREG S [15].

6.2.2 Mesures réalisées sous la couche nitrurée, à cœur du matériau

La dureté est mesurée, si possible, sur coupe ou après meulage de la couche ou dans une zone de la pièce protégée de la nitruration (la charge recommandée HV 10 à HV 30).

6.2.3 Mesures de la profondeur nitrurée réalisées sur des coupes (filiations)

Il s'agit de la mise en œuvre de mesures d'épaisseur de traitement selon des normes ou spécifications (NF A 04-204 par exemple) et qui consistent à réaliser des essais de dureté sous faible charge, depuis la surface vers le cœur de la pièce, sur une coupe perpendiculaire à la surface nitrurée. L'épaisseur conventionnelle de nitruration correspond à la distance entre la surface et la tranche dont la dureté correspond à la convention : dureté du cœur + 100 HV (usage actuel en France) ou dureté du cœur + 50 HV (dans les normes DIN et SAE-AMS). Cet écart de convention doit être interprété lors de la réalisation des traitements.

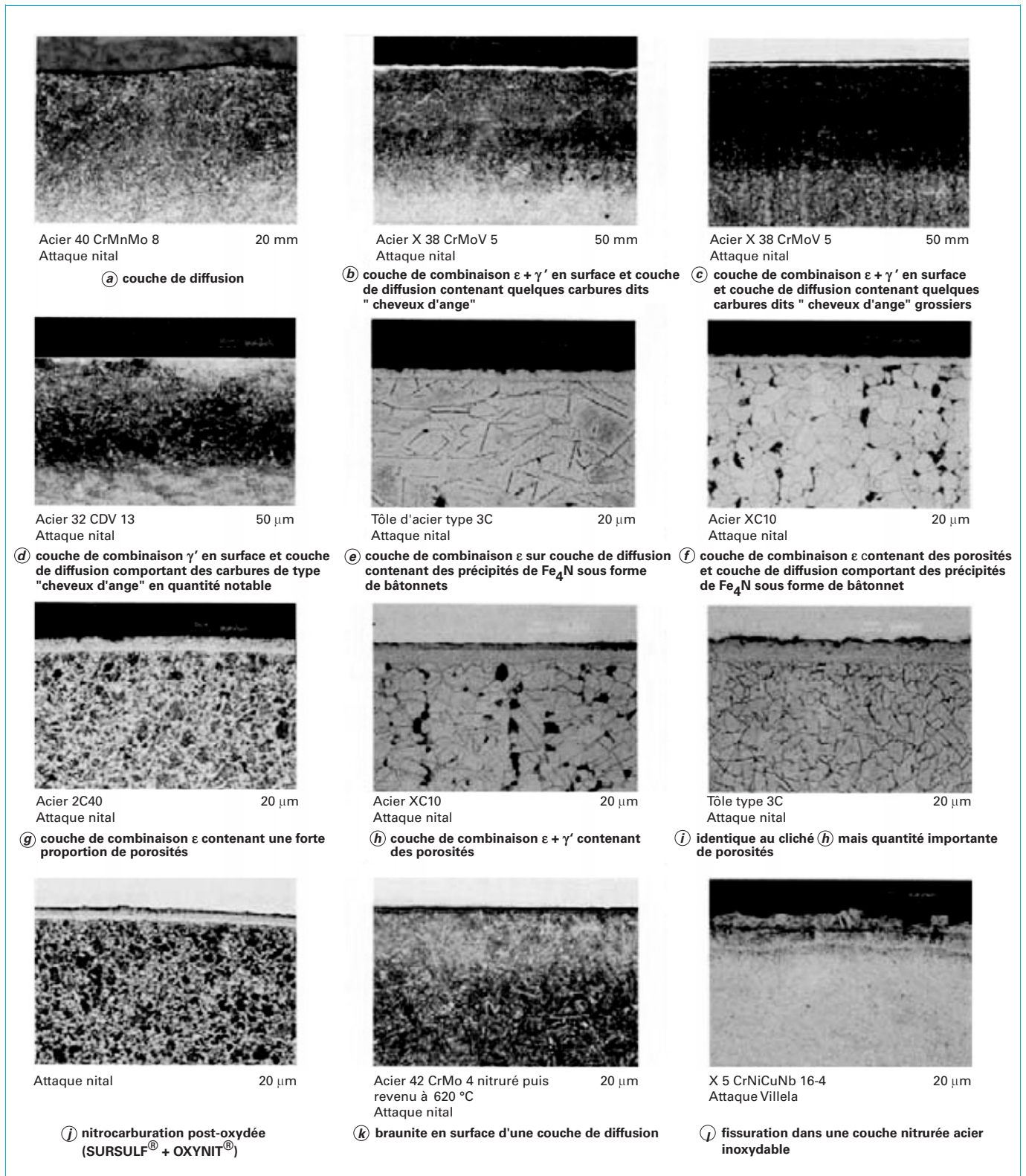


Figure 10 – Microphotographies de couches nitrurées

Tableau 8 – Marques commerciales des procédés de nitruration et nitrocarburation (liste non exhaustive)

| Famille de traitement | Nom de marque | Caractéristiques | Propriété de la marque | |
|--|--|---|--|-------------------------|
| Nitrocarburation en bain de sels formant une couche ϵ d'épaisseur variable en fonction du temps de traitement. (temps le plus fréquent 90 minutes $e = 15$ à $20 \mu\text{m}$) | TENIFER TF1 TUFFTRIDE TF1 | Bain de sels activés à 550 à 590 °C, cyanure résiduel 1 % | HEF-DURFERRIT | |
| | TENIFER TF1 + AB1 (TUFFTRIDE TF1 + AB1) | Avec arrêt dans un bain de sels oxydant à 400 à 450 °C, neutralisation des cyanures, oxydation de la couche de combinaison | | |
| | TENIFER QPQ (TUFFTRIDE QPQ) | Après arrêt AB1, polissage mécanique + 2 ^e passage AB1 | | |
| | SURSULF (ARCOR) | SURSULF | Bain de sels activés à 480 à 680 °C, apport de soufre pour neutraliser le cyanure résiduel-traces de soufre dans la couche | HEF Techniques Surfaces |
| | | SURSULF + OXYNIT | Avec arrêt dans un bain de sels oxydant à 400 à 450 °C, oxydation de la couche de combinaison | |
| | | SURSULF OPO | Idem QPQ | |
| | | ARCOR C | Évolution du procédé SURSULF avec parachèvement chimique + imprégnation éventuelle | |
| | | ARCOR S | Évolution de la version OPO + imprégnation | |
| | | THERMI SULFO | Idem SURSULF | THERMILYON |
| Sulfonitrocarburation en bain de sels avec apport de K ₂ S | SULFINUZ | Bain de sels base cyanure et apport de soufre | BODYCOTE | |
| Nitrocarburation en bain de sels | ISONIT-LS | Sels additivés de Li produisant combinaison et oxydation | Paker Netsushori Kogyo Co | |
| Nitruration et nitrocarburation gazeuse ferritique ou ferrito-austénitique avec éventuelle post-oxydation | NITEMPER | Nitrocarburation NH ₃ + endogaz-trempe | IPSEN | |
| | NITROC | Nitrocarburation NH ₃ + exogaz | AICHELIN | |
| | PRONOX | Nitrocarburation + post-oxydation | IPSEN | |
| | OXYCAD | Nitrocarburation NH ₃ + endogaz en four à tapis | SAFED | |
| | CORR-I-DUR | Nitrocarburation + post-oxydation + imprégnation | BODYCOTE | |
| | Corr-I-Dur Q | Nitrocarburation austénitique | | |
| | NITREG et NITREG C | Nitruration et nitrocarburation régulées | NITREX | |
| | NITREG ONC | Nitruration et nitrocarburation régulées + post-oxydation + imprégnation | | |
| | NITREG S | Nitruration des aciers inoxydables | | |
| | NITROTEC | Nitrocarburation NH ₃ + endogaz – trempe + imprégnation | METATHERM | |
| | NITROTEC S | Version avec polissage et 2 ^e oxydation + imprégnation | | |
| | ANNAT N | Nitruration avec apport de N ₂ O | ALNAT | |
| | OXYCAD | Nitrocarburation en four à tapis | SAFED | |
| Nitruration et nitrocarburation sous pression réduite avec apport d'un gaz oxydant | NITRAL | Nitruration ou nitrocarburation en four à purge sous vide et sous pression réduite, apport de N ₂ O avec post-oxydation éventuelle | BODYCOTE | |
| | CARBONITRAL | | | |
| | CARBONITRALOX | | BMI | |
| Nitruration ionique des aciers inoxydables | ALLNIT | | | |
| | NIVOX | Famille de nitrurations ioniques | BODYCOTE – NITRUVID | |
| Nitruration ionique avec apport de soufre | HARDINOX | Nitruration des aciers inoxydables | BODYCOTE | |
| | SULF-IONIC | Sulfonitruration ionique | | |
| Nitruration à haute température | SoINit | Nitruration des aciers inoxydables | IPSEN | |

Tableau 9 – Charge d’essai à utiliser en fonction de la dureté et de l’épaisseur de la couche nitrurée [25]

| Épaisseur minimale de la couche (µm) | Dureté Vickers minimale de la couche HV | | | | | | |
|--------------------------------------|---|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------|
| | 200 < HV ≤ 300 | 300 < HV ≤ 400 | 400 < HV ≤ 500 | 500 < HV ≤ 600 | 600 < HV ≤ 700 | 700 < HV ≤ 800 | > 800 HV |
| 50 | – | – | – | HV 0,5 | HV 0,5 | HV 0,5 | HV 0,5 |
| 70 | – | HV 0,5 | HV 0,5 | HV 0,5 | HV 0,5 | HV 1 | HV 1 |
| 80 | HV 0,5 | HV 0,5 | HV 0,5 | HV 0,5 | HV 1 | HV 1 | HV 1 |
| 90 | HV 0,5 | HV 0,5 | HV 0,5 | HV 1 | HV 1 | HV 1 | HV 1 |
| 100 | HV 0,5 | HV 1 | HV 1 | HV 1 | HV 1 | HV 1 | HV 1 |
| 150 | HV 1 | HV 1 | HV 3 | HV 3 | HV 3 | HV 3 | HV 3 |
| 200 | HV 1 | HV 3 | HV 3 | HV 5 | HV 5 | HV 5 | HV 5 |
| 250 | HV 3 | HV 5 | HV 5 | HV 5 | HV 10 | HV 10 | HV 10 |
| 300 | HV 3 | HV 5 | HV 10 | HV 10 | HV 10 | HV 10 | HV 10 |
| 400 | HV 5 | HV 10 | HV 10 | HV 10 | HV 10 | HV 30 | HV 30 |
| 450 | HV 5 | HV 10 | HV 10 | HV 10 | HV 30 | HV 30 | HV 30 |
| 500 | HV 10 | HV 10 | HV 10 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 |
| 550 | HV 10 | HV 10 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 |
| 600 | HV 10 | HV 10 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 |
| 650 | HV 10 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 |
| 700 | HV 10 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 |
| 750 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 | HV 30 |

La charge d’essai indiquée est la plus élevée qui soit acceptable. Les valeurs inférieures de charges peuvent bien sûr être utilisées (par exemple HV 10 au lieu de HV 30).

Exemple :

Sont recherchées sur une pièce une dureté superficielle avec une tolérance de 500 HV à 800 HV et une profondeur conventionnelle de nitruration de 300 à 460 µm. L’épaisseur minimale souhaitée est donc 300 µm et la dureté minimale en surface de 500.

Pour ces valeurs, le tableau nous indique que la dureté superficielle peut être mesurée en HV 10 au maximum (ou bien sûr en HV 5, HV 3...).

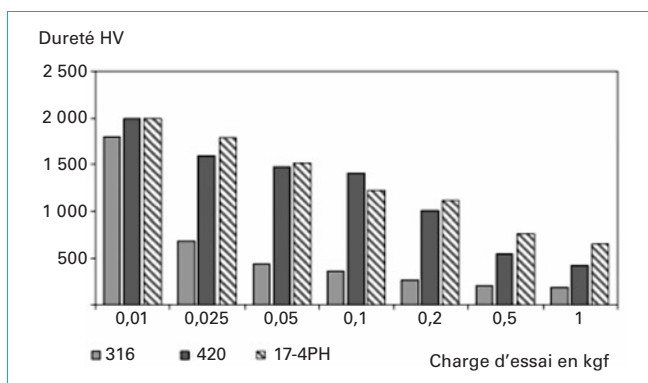


Figure 11 – Influence de la charge d’essai sur 3 nuances d’aciers inoxydables nitrurés (316 : X6CrNiMo 17-11 ; 420 : X20Cr13 ; 17-4PH : X6CrNiCu 17-4)

6.3 Contrôles macrographiques

Trois types principaux d’essais sont réalisés sur les pièces nitrurées.

■ Mise en évidence de la présence de la couche blanche

Sont utilisées par exemple, des solutions qui contiennent du cuivre susceptible, par déplacement, de se déposer sur l’acier. La présence d’une couche de combinaison dont le caractère n’est plus métallique ne permet pas le dépôt par déplacement. Ainsi, il est possible d’avoir une idée sur la présence de cette couche et éventuellement sur sa répartition en surface d’une pièce. Cependant, les conclusions de tels essais doivent être confirmées par des mesures plus fiables.

Exemples de solutions utilisées pour la révélation de l’absence de couche blanche : solution aqueuse à 4 % de sulfate de cuivre (CuSO4 5H2O) ou solution aqueuse à 10 % de chlorure de cuivre (CuCl2 2H2O) avec addition de soude.

■ Évaluation de l’épaisseur de traitement

Une coupe perpendiculaire à la surface est polie puis attaquée avec un réactif approprié provoquant une différence de coloration

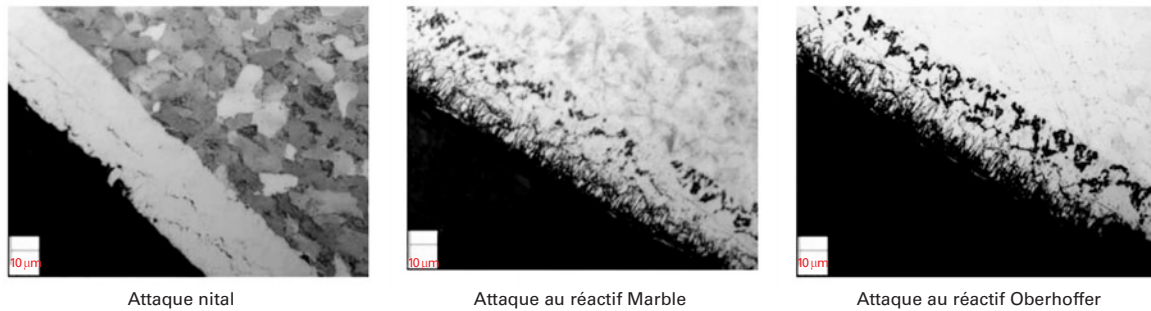


Figure 12 – Couche de combinaison avec différents attaques (Crédit CETIM)

entre la couche et le cœur du matériau ; l'épaisseur est appréciée à l'aide d'une loupe graduée. Cette mesure est bien évidemment indicative. On peut également utiliser ce type d'essai pour vérifier la régularité d'une couche niturée ou l'absence de nitration dans une zone protégée par des épargnes.

■ Essai Baumann

Cet essai, défini par la norme NF A 05-151, est parfois utilisé pour révéler la présence de soufre en surface de certains procédés de sulfonituration ou sulfonitrocarburation. Il consiste à mettre un papier photographique imbibé d'acide sulfurique en contact avec la surface à examiner. La présence de soufre se traduit par l'apparition de traces sombres de sulfure d'argent sur le papier.

6.4 Contrôles micrographiques

La réalisation d'une coupe micrographique permet de révéler les porosités (parfois d'en quantifier la répartition), la présence ou l'absence de couche blanche (le cas échéant de mesurer son épaisseur). L'identification des différents nitrides n'est cependant pas possible dans la majorité des cas, toutefois une attaque par le réactif de Marble ou Oberhoffer (figure 12) est susceptible de colorer en noir une couche γ' et laisser en blanc la structure ϵ ; une couleur grise est l'indice d'une coexistence des 2 phases (cf. les normes AMS 2759/8). L'interprétation de ces images est assez délicate. L'examen micrographique permet également la mise en évidence des carbures, oxydes et autres composants des couches.

6.5 Analyse radiocristallographique

Cette analyse est le seul examen qui permette d'identifier avec certitude et de doser les différents nitrides et carbonitrides présents dans les couches. L'analyse DXDE (Diffraction X en Dispersion d'Énergie) développée par le CETIM permet un dosage quantitatif des phases présentes ainsi que les épaisseurs des différentes strates [26].

7. Propriétés des pièces niturées

Les traitements de nituration ou de nitrocarburation apportent, de manière plus ou moins sensible selon les procédés et les matériaux traités, les caractéristiques suivantes :

- dureté superficielle élevée ;
- modification chimique par croissance d'une couche de combinaison ;
- mise en précontrainte de compression de la surface.

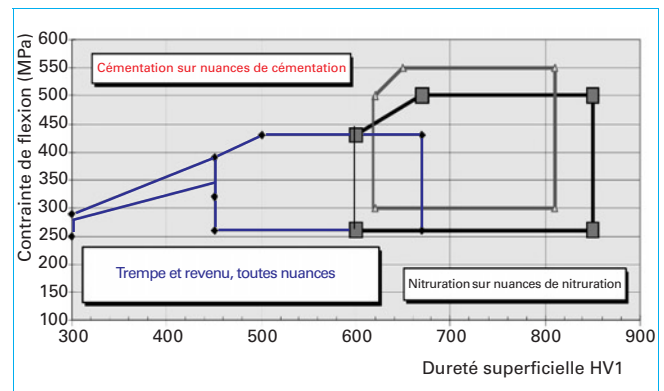


Figure 13 – Valeurs de tenue en fatigue flexion des dents d'engrenages données par la norme DIN 3990-1987 (différentes nuances et traitements)

Les propriétés qui en résultent sont principalement :

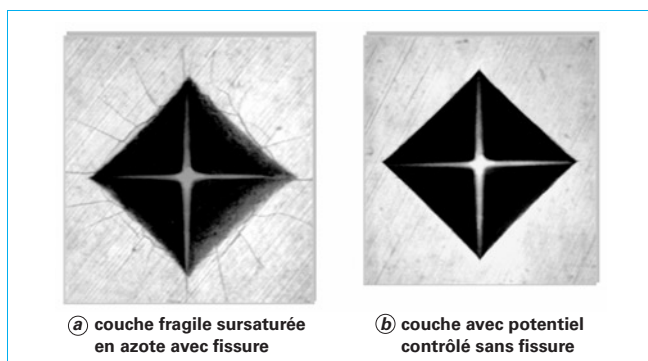
- augmentation de la résistance à la fatigue, spécialement en présence d'effets d'entaille et de concentrations de contraintes ;
- amélioration de la résistance au grippage, au collage par adhésion et à l'usure par petits débrayements, principalement grâce aux propriétés de la couche de combinaison ;
- augmentation de la résistance à l'abrasion par effet d'augmentation de dureté ;
- amélioration de la tenue à la corrosion après post-oxydation ;
- augmentation de la tenue à chaud et résistance à l'adoucissement par revenu ;
- perte de soudabilité.

Les propriétés des pièces niturées soumises à la fatigue massive, de type flexion, comme celle sur les dents d'un engrenage, et la fatigue de surface (écaillage hertzien) rencontrée sur les roulements et engrenages, sont souvent comparées aux propriétés obtenues par la cémentation comme dans les normes DIN 3990 et ISO 6336 (figure 13). Par rapport aux cémentations par le carbone, ces traitements ont l'avantage parfois décisif de ne pas s'adoucir tant que la température mise en œuvre pour le traitement n'est pas dépassée. Les applications qui conduisent à des conditions de fonctionnement avec élévation de température pouvant atteindre 520 °C sont concernées.

La microstructure réalisée lors du traitement conditionne les propriétés d'utilisation. Le tableau 13 propose une synthèse des principales propriétés obtenues avec les traitements de nituration et nitrocarburation.

Tableau 10 – Propriétés des couches nitrurées

| Sollicitations | Facteurs déterminants | Observations |
|---|--|--|
| Fatigue massive | <ul style="list-style-type: none"> • Profondeur nitrurée (diffusion) • Caractéristique de la couche de diffusion (dureté, structure, contraintes résiduelles) • Caractéristiques à cœur | <ul style="list-style-type: none"> • Flexion σ_D = d'après DIN 3990, figure 14) • Sur aciers trempés revenus faiblement alliés : 270 à 430 MPa • Sur aciers de nitruration : 280 à 550 MPa (résultats expérimentaux sur 42CrMo4 : 400 à 750 MPa ; 31CrMoV9 : 550 MPa ; 30CrMoV12 : 1 000 à 1 200 MPa (Kt = 1,03) e = 0,6 mm) • Sur aciers au carbone : 250 à 500 MPa avec trempe |
| Fatigue superficielle | <ul style="list-style-type: none"> • Profondeur nitrurée • Structure | <ul style="list-style-type: none"> • Pression de Hertz maxi : 1 000 à 1 200 MPa sur aciers courants, 1 400 à 1 600 MPa sur aciers de nitruration (applications sur engrenages) • Performances supérieures à la cémentation en présence de glissement ; la profondeur nitrurée doit être supérieure à la profondeur de cisaillement maximale ; les couches de combinaison ne sont pas conseillées • En application roulement, pressions de 3,5 GPa avec dureté > 800 HV |
| Effort de fissuration Ductilité | <ul style="list-style-type: none"> • Richesse en azote et carbone des couches • Structures des couches • Contraintes résiduelles | <ul style="list-style-type: none"> • Couches γ' plus tenaces • Structures monophasées meilleures (> 80 % de l'une des phases), le contrôle du taux de carbone et azote (pilotage de KN et KC) est nécessaire pour assurer l'absence de fragilité (figure 15) |
| Usure | <ul style="list-style-type: none"> • Dureté superficielle • Caractéristiques des couches de combinaison (épaisseur) et de diffusion (profondeur) | <ul style="list-style-type: none"> • Solutions de plus hautes duretés les plus performantes • Couches de combinaison compactes à privilégier • Choix de la structure mal déterminée |
| Comportement vis-à-vis des risques de grippage, de collage et « fretting » | <ul style="list-style-type: none"> • Nature de la couche de combinaison • Ténacité de la couche de combinaison | <ul style="list-style-type: none"> • Couche ε aux meilleures qualités de glissement • Très bon comportement à chaud, présence de soufre qui augmente la charge de grippage avec vitesse élevée |

**Figure 14 – Mise en évidence de la ténacité de la couche de combinaison par indentation Vickers** (source NITREX)

7.1 Fatigue

On constate que la microstructure influe peu sur ce type de sollicitation, alors que la macrostructure (épaisseur de la couche de diffusion et résistance à cœur) a une action notable. Pour les aciers de construction, la limite de fatigue augmente avec l'épaisseur nitrurée jusqu'à un maximum (qui se situe vers 0,2-0,3 mm pour les aciers du type 34 ou 42CrMo4) au-delà duquel aucune amélioration sensible n'est plus constatée.

De même, les caractéristiques de fatigue augmentent avec la résistance à cœur de l'acier (et de la couche de diffusion). Le choix de ce dernier sera par conséquent déterminant vis-à-vis de cette sollicitation.

Il faut noter que l'amélioration des propriétés de fatigue due à la nitruration est particulièrement importante dans le cas de pièces ou d'éprouvettes entaillées [27] [28].

7.2 Fatigue superficielle

Sont réalisées par nitruration des épaisseurs de couche relativement faibles au regard de celles effectuées par cémentation, limitant les applications avec des configurations de contraintes peu profondes.

Pour les fortes sollicitations de roulement, c'est le matériau de base qui est sollicité sous la couche traitée. Les études réalisées sur des engrenages de petits modules [29] [30] et sur des roulements ont montré que l'on pouvait atteindre des tenues équivalentes à celles obtenues en cémentation, même en utilisant des épaisseurs de traitement plus faibles. Ce bon comportement est attribué soit à une modification des modes de dégradation [29], soit à l'influence des propriétés de glissement de la nitruration et aux contraintes résiduelles qui ont tendance à diminuer la profondeur du maximum des contraintes de cisaillement dues à la pression de Hertz [31].

Le choix de la nitruration profonde sur la nuance 32CrMoV13, pour les roulements aéronautiques soumis à des températures de fonctionnement élevées, est une alternative aux nuances M50 (80MoCrV42-16) et M50NIL cémenté (15MoCrNiV16-14-12) [32]. Les publications font état de performances au moins comparables à celle du 100Cr6 et de ces alliages. Pour une nitruration de 0,7 mm de profondeur, la pression de Hertz a été évaluée à 3 750 MPa, en intégrant les contraintes résiduelles de compression à 3 750 MPa contre 2 400 MPa pour obtenir une durée de vie infinie avec l'acier M50. L'application roulement se fera après enlèvement de la couche de combinaison, alors que pour les engrenages il peut y avoir conservation de celle-ci pour profiter de ses propriétés de glissement. Il est cependant nécessaire de s'assurer que le cisaillement hertzien ne se situe pas dans la zone de transition de la couche de combinaison avec le substrat.

7.3 Frottement

La microstructure prend ici un aspect prépondérant ; la configuration ε offre les meilleures caractéristiques, alors que les couches

de diffusion seules et les configurations γ' donnent des résultats nettement inférieurs. Dans le cas de couches biphasées $\gamma' + \varepsilon$, les propriétés de frottement sont intermédiaires et dépendent essentiellement de la proportion des phases en présence (elles s'améliorent avec la quantité de ε) et de la constitution de la couche : mélange intime des 2 phases ou stratifications avec couche ε extérieure (cas le plus favorable). Il faut noter que certains auteurs signalent pour des applications particulières une supériorité de la couche γ' sur la couche ε , notamment en hydraulique où l'on recherche l'absence totale d'usure en fonctionnement ; il s'agit malgré tout de cas exceptionnels.

Le rôle des porosités est également très controversé : pour certains [31], elles constituent, dans le cas des frottements lubrifiés, une réserve de lubrifiant favorable aux propriétés de frottement. Par contre, d'autres auteurs ont constaté qu'elles disparaissaient rapidement dès les premiers contacts [33]. C'est vis-à-vis des propriétés de frottement, avec risque de grippage par adhésion, par fretting et par défaut de lubrification, que les couches nitrurées avec couche de combinaison sont les plus performantes.

7.4 Usure par abrasion

La résistance à l'usure dépend principalement, en première approximation, de la dureté de la couche de diffusion. La nature de la couche de combinaison intervient peu en raison de sa faible épaisseur. On remarquera que l'augmentation de dureté conduit parfois à des fragilités de couche qui altèrent la tenue à l'usure [18].

7.5 Tenue à chaud

De par son principe même de durcissement, la nitruration permet d'obtenir des couches qui possèdent une bonne stabilité à chaud, jusqu'à des températures en fonction, bien sûr, de la nuance d'acier retenue mais proches de celles utilisées pour la nitruration (figure 15).

Cette particularité du traitement de nitruration explique la large utilisation d'outils nitrurés en forge et estampage et, d'une façon générale, en travail à chaud.

Dans ce domaine, il semble que la tenue en usure à chaud soit favorisée par une augmentation de l'épaisseur nitrurée.

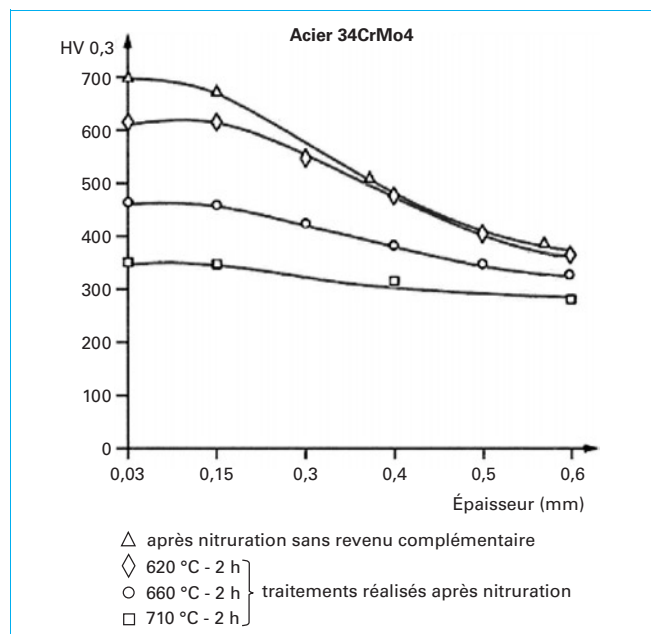


Figure 15 – Évolution de la dureté d'une couche nitrurée après maintien à diverses températures

En ce qui concerne la fatigue thermique, ainsi que cela a été montré dans une étude de R. Lévêque [M 1 135], la rugosité avant traitement de nitruration, qui conditionne la formation et le type de microfissures apparaissant en fonctionnement sous l'effet des sollicitations, est d'une grande importance. Par ailleurs, la mise en contraintes des couches semble également d'un grand intérêt et explique l'influence parfois considérable de couches de très faible épaisseur.

7.6 Corrosion

L'influence de la microstructure des couches nitrurées avec ou sans traitement de post-oxydation fait l'objet de nombreuses études [34] [35] [36]. Sur un plan pratique, les résultats semblent souvent décevants compte tenu des grandes dispersions obtenues. L'obtention de la tenue à la corrosion est liée à la combinaison de la nature de la couche de combinaison, en relation avec l'opération de post-oxydation, les états de surface obtenus et l'imprégnation finale.

Dans une étude sur acier 42CrMo4 illustrée par la figure 16 [36], les auteurs caractérisent le comportement à la corrosion par la mesure du potentiel cathodique de polarisation. Les états de surface ont été relevés après chaque traitement. Sur cette figure, on observe que les états de surfaces les plus fins sont obtenus après la nitruration N ($T = 530\text{ °C}$ sous NH_3 et N_2 , $t = 4\text{ h}$), la nitrocarburation NC + O ($T = 570\text{ °C}$, $t = 4\text{ h} + T = 550\text{ °C}$, $t = 2\text{ h}$ sous N_2O), la nitrocarburation NC ($T = 570\text{ °C}$, $t = 4\text{ h}$ sous $\text{NH}_3 + \text{endogaz}$) et N + O ($T = 530\text{ °C} + 510\text{ °C}$, $t = 2\text{ h}$ sous N_2O). Les potentiels suivent le même classement. Les meilleurs comportements à la corrosion sont donnés par la solution nitrocarburation post-oxydée + imprégnation.

Les conditions les plus favorables semblent être :

- la réalisation d'une couche de combinaison de type ε contenant au moins 9 % d'azote pondéral, avec un bon état de surface initial ;
- une post-oxydation avec maintien de l'atmosphère de nitruration jusqu'au palier, qui ne devra pas être inférieur à 450 °C avec un milieu oxydant riche et reproductible après mise au point du cycle optimum, la couche d'oxyde Fe_3O_4 doit être comprise entre 1 et $2\text{ }\mu\text{m}$;
- une imprégnation dans un milieu pénétrant (milieu aqueux contrôlé).

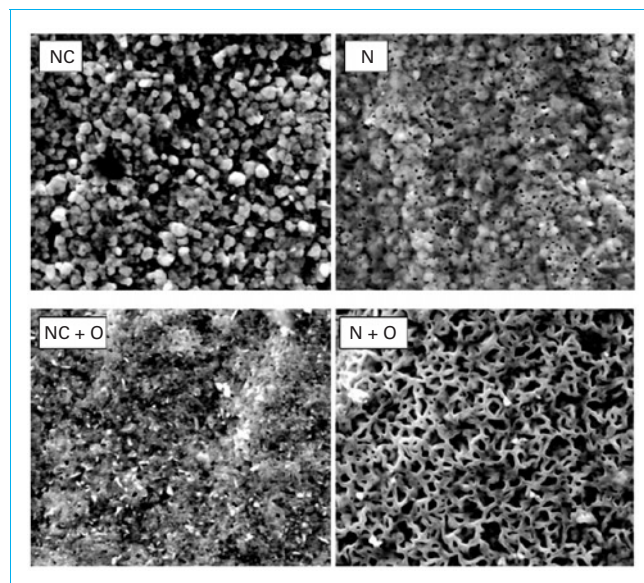


Figure 16 – Aspect de la surface vue au MEB après différents traitements N (nitruration), NC (nitrocarburation), N+O (nitruration post-oxydée), NC + O (nitrocarburation + post-oxydation) sur acier 42CrMo4

Les versions type QPQ doivent être maîtrisées car un polissage trop intense enlevant la totalité de la première couche d'oxyde et une partie de la couche de nitrures aura après réoxydation un moins bon comportement.

8. Défauts et déformations

8.1 Contrôle et mise en évidence des défauts

La notion de défaut se conçoit par rapport à un état de référence réputé correct. Il faut donc toujours évaluer les écarts en se référant aux spécifications du traitement. Le constat d'un défaut peut être fait à différents niveaux. Nous pouvons distinguer, parmi les moyens de contrôle, ceux qui sont du domaine de l'atelier de production et qui

se caractérisent par une mise en œuvre simple : (contrôle visuel, attaques macrographiques, CND...), de ceux qui demandent des appareillages ou des mises en œuvre plus spécifiques et qui sont, le plus souvent, du domaine du laboratoire de contrôle (microdureté, examen micrographique), voire de laboratoires plus spécialisés (rayons X, MEB). Les méthodes de contrôle ont été décrites au § 6.

8.2 Défauts caractéristiques

Le tableau 11 regroupe un certain nombre d'anomalies significatives attribuées au couple produit-procédé. Le tableau 12 reprend ces différents défauts dans une démarche d'actions correctives.

8.3 Déformations

Le succès rencontré ces dernières années par la nitruration tient en grande partie aux faibles déformations engendrées par ce traitement.

| Tableau 11 – Principales sources d'anomalies des couches nitrurées ou nitrocarburées provenant du couple produit-process | | |
|--|---|--|
| Origine | Causes | Conséquences |
| Préparation | Perturbation de la surface : usinages, altérations d'origines mécaniques ou chimiques | { Altération de l'épaisseur de la couche de combinaison Altération de l'épaisseur de la couche de diffusion Plages douces |
| | Préparation et défauts d'épargne Absence de traitement de stabilisation | Plages douces Déformations |
| Aciers | Éléments d'alliage en quantité insuffisante Éléments d'alliage en quantité excessive | Dureté faible de la couche de diffusion Difficulté d'obtention de la couche blanche |
| | Traitement préalable mal adapté Bandes de ségrégation | { Chute de dureté à cœur Faible dureté de la couche de diffusion Précipitation de carbures (cheveux d'ange) Déformations Irrégularité des couches et des duretés |
| Milieu de nitruration | Milieu insuffisamment actif | { Dureté faible Insuffisance de l'épaisseur de la couche de combinaison Insuffisance de l'épaisseur de la couche de diffusion Irrégularité des couches |
| | Milieu trop actif | { Excès de porosités Excès de couche de combinaison Précipitation de carbures (cheveux d'anges) |
| Four | Anomalies de débit | { Anomalies de structure Perturbation de l'épaisseur de la couche de combinaison Perturbation de l'épaisseur de la couche de diffusion Perturbation des duretés des couches de diffusion |
| | Mauvais chargement | { Hétérogénéité des épaisseurs de couche Plages douces |
| | Défaut de pyrométrie | { Anomalies de structure Braunite Épaisseur insuffisante ou trop élevée de la couche de diffusion et/ou de la couche de combinaison Nature des couches incorrecte Coalescence des nitrures |
| | Ventilation incorrecte | Irrégularité d'épaisseur des différentes couches |

Tableau 12 – Principales anomalies et défauts possibles lors des traitements de nitruration et nitrocarburation

| Défaut | Origines | Conséquences | Remèdes |
|--|--|---|---|
| Structure de la couche de combinaison non conforme | Potential de nitruration ou nitrocarburation Anomalie de température | Dureté non conforme Propriétés tribologiques Fragilité si mélange | Maîtriser le ou les potentiels |
| Porosités excessives | Potential de nitruration Encrassement du bain (sels) | Usure rapide Risque d'écaillage | Maîtriser les paramètres Contrôler la propreté des bains de sels |
| Épaisseur de couche blanche insuffisante | Potential de nitruration ou nitrocarburation insuffisant Température faible Temps insuffisant | Propriétés tribologiques | Maîtriser les paramètres |
| Épaisseur de la couche blanche trop forte | Potential de nitruration ou nitrocarburation Température élevée Temps trop long | Instabilité de la couche (fragilité) Géométrie affectée | Maîtriser les paramètres |
| Épaisseur de la couche de diffusion | Température Temps Potentiels Matériau Préparation de surface | Tenue mécanique affectée | Maîtriser les paramètres |
| Présence de braunite (1) (figure 10k) | Température élevée associée à un refroidissement lent | Fragilité de la couche, risque d'écaillage | Vérifier la température Appliquer une température < 590 °C Refroidir rapidement |
| Coalescence des nitrures | Temps et température trop élevés Pilotage du potentiel de nitruration (2) | Dureté et épaisseur faibles (figure 17) | Réduire la température du palier Ajuster le potentiel au cours du palier |
| Plages douces | Qualité de surface : nettoyage, passivation, présence accidentelle de produits de protection, conditions d'usinage Défaut de plasma (nitruration ionique) | Tenue mécanique affectée | Identifier les sources et y remédier |
| Dureté faible | Potential nitrurant Coalescence des nitrures Profondeur insuffisante (effet de la charge de dureté) Matériau Traitement préalable | Tenue mécanique affectée | Identifier les sources et y remédier |
| Précipitations de carbures ou cheveux d'ange [M 1 223] (figures 10b, c, d ; 18) | Potential de nitruration Nuance d'acier Température et temps Effet géométrique (angles) | Risque de fragilisation, moins bonne tenue au cisaillement superficiel | Ajuster les paramètres |
| Fissurations dans la couche nitrurée des aciers inoxydables (figure 10i) | Potential azote trop élevé | Risque d'écaillage et de corrosion | Maîtriser les paramètres |
| Affaissement de la dureté à cœur | Température et/ou temps inadaptés aux conditions de traitement préalable (effet de sur-revenu) | Performances mécaniques affectées | Modifier les conditions soit du traitement préalable, soit de nitruration |
| Discontinuité de la couche de combinaison (révélée par l'attaque avec solution cuivrée) | Hétérogénéités de plasma en nitruration ionique Cf. plages douces | Indice d'une irrégularité de nitruration Performances mécaniques | Surveiller le plasma Modifier les paramètres |
| Défauts d'aspect (taches, colorations) | Milieu de traitement : propreté du bain de sel, arc lors de la création du plasma, conditions de refroidissement, conditions de post-oxydation | Voir si conséquences sur les résultats de la nitruration | Identifier les sources et y remédier |

(1) Braunite : à une température supérieure à 590 °C, le fer enrichi à l'azote se transforme en austénite. Lors du refroidissement (plus ou moins rapide), la transformation de l'austénite s'opère en générant une couche sombre d'eutectoïde fer-azote appelé braunite (figure 10k) ; les caractéristiques mécaniques de la couche sont altérées (risques d'écaillage).

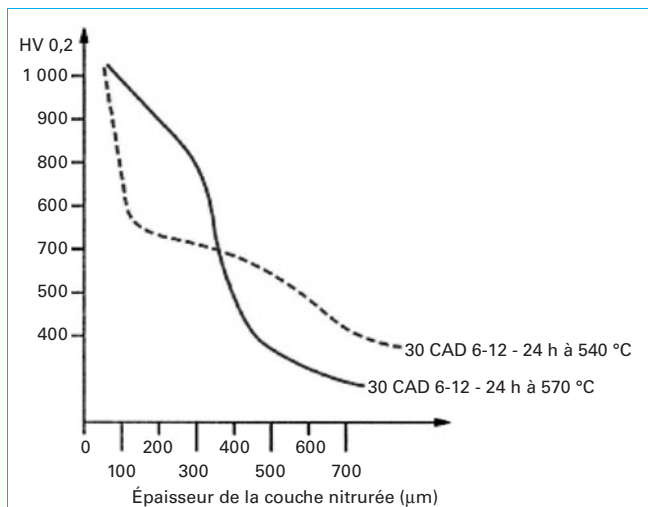
(2) Pilotage du potentiel de nitruration : concerne les procédés gazeux.

Ce traitement a en effet pour particularité :

- de se réaliser à basse température, sans qu'il y ait changement de phase sauf dans les premiers micromètres concernant la couche de combinaison ;
- de ne pas nécessiter une trempe ultérieure pour le durcissement.

Dans ces conditions, la plupart des sources de déformation sont supprimées, ou leurs effets grandement réduits. Il n'en reste pas moins que l'enrichissement en azote ou azote (plus autres éléments (C, O, S)) entraîne une augmentation de volume.

Comme indiqué au § 1.3 dans [M 1 227], rappelons qu'en première approximation le gonflement est de l'ordre de 30 % de l'épaisseur de la couche de combinaison. Ce gonflement est homogène partout où l'enrichissement est homogène. Il en découle des précautions à prendre pour les pièces où une ou plusieurs zones ne seront pas nitrurées.



Un séjour à température élevée peut entraîner la coalescence des nitrures ou nitrocarbures, ce qui provoque la désaturation en azote de la matrice métallique et la croissance de nitrures ou carbonitrides qui ne participent plus (ou très peu) au durcissement [38].

Figure 17 – Illustration de l'effet de coalescence des nitrures et des carbonitrides lors d'une nitruration ionique (d'après [37])

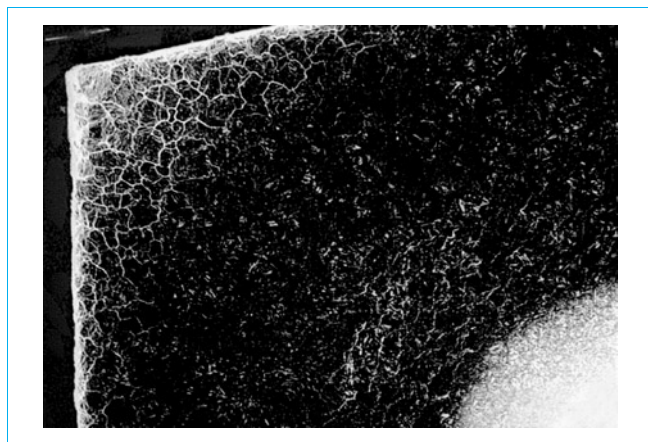


Figure 18 – Précipitation de carbonitrides par effet d'angle sur acier X38CrMoV5

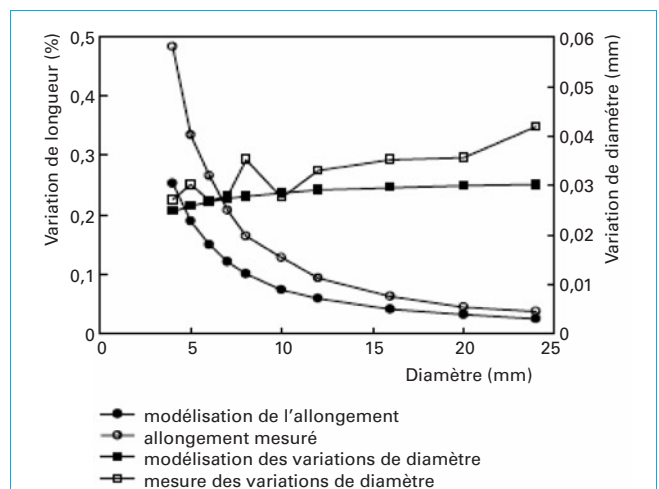
En résumé, et si seule l'opération de nitruration est considérée, il est possible de ne tenir compte que de ces très faibles variations de volume, pratiquement toujours inférieures à 10 µm de surépaisseur par face.

Cependant, il faut également prendre en considération un certain nombre d'effets secondaires qui peuvent modifier grandement la valeur des déformations après nitruration. Les principaux sont les suivants :

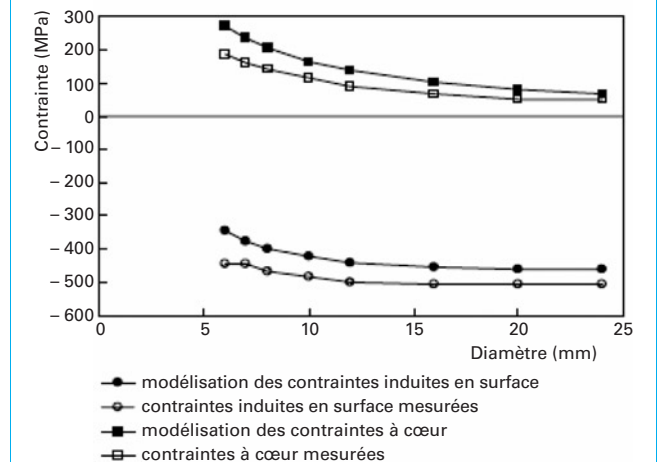
■ Les contraintes propres au traitement de nitruration

Ainsi que nous l'avons déjà mentionné, les couches nitrurées sont fortement contraintes. Dans ces conditions, tout déséquilibre dans la couche peut générer des changements de forme. Par exemple, la nitruration d'une seule face d'une plaque mince engendrera par effet de bilame une flexion de la plaque. Peu d'études sont disponibles sur les effets directs de la nitruration sur les gonflements et distorsions.

K. Arimoto dans une communication [39] en 2010 fait référence à des travaux réalisés avant 1940. Son étude porte sur la



(a) relation entre les diamètres de cylindres nitrurés et leur longueur



(b) relation entre les contraintes induites et le diamètre

Figure 19 – Comparaison dans une étude expérimentale réalisée en 1936 pour 2 profondeurs de nitruration (HV cœur + 50) 0,3 et 0,6 mm

modélisation des déformations de cylindres de différents diamètres après une nitruration gazeuse. À partir d'un calcul par éléments finis, il propose de tenir compte des variations volumiques liées aux précipitations des nitrures dans la structure, en relation avec le gradient d'azote de diffusion et les contraintes induites par les transformations microstructurales. La modélisation confirme les mesures expérimentales et met en évidence l'effet relatif des profondeurs nitrurées et les dimensions de la pièce traitée (figure 19).

■ La relaxation de contraintes emmagasinées dans les pièces par les opérations antérieures de mise en forme

En effet, malgré les températures basses utilisées pour les nitrurations, celles-ci sont largement suffisantes pour provoquer un effet de relaxation. Ce phénomène, très sensible sur des pièces qui peuvent séjourner plusieurs dizaines d'heures dans un four, rend nécessaire la réalisation d'un détensionnement préalable. Cette opération est décrite au § 2.3 de [M 1 227].

À titre d'exemple, un rail de roulement, formé par roulage d'un plat laminé de hauteur 100 mm et d'épaisseur 10 mm, en acier 2C40, en demi-cercle de 900 mm de diamètre, a présenté une ouverture de ce diamètre d'environ 20 mm à l'issue d'une nitruration ionique de 3 heures à 570 °C. L'adjonction dans la gamme d'un traitement de relaxation et d'un redressage avant nitruration a permis de ramener l'ouverture du diamètre à quelques centièmes de mm.

■ Le fluage en cours de nitruration

Il peut intervenir sur certaines nuances d'acier. De ce fait, pour certaines pièces, des changements de formes peuvent apparaître

selon leur dessin ou selon le positionnement dans le four de nitruration.

■ L'effet de revenu

Sur des aciers insuffisamment revenus, il se traduit par des changements de volume de la pièce en relation avec les transformations métallurgiques réalisées.

9. Comparaison des divers procédés

Le choix d'un procédé pour la réalisation d'un traitement est une opération délicate intégrant de nombreux facteurs. Dans de nombreux cas, plusieurs d'entre eux peuvent convenir d'un point de vue technique et ce sont les caractéristiques technico-économiques qui permettent de départager les solutions.

Cette démarche semble effectivement se généraliser chez les donneurs d'ordres qui, de plus en plus, imposent une structure nécessaire pour satisfaire les propriétés d'emploi et homologuent les procédés capables de les réaliser.

Dans cette optique, on pourra utiliser, pour comparer les divers procédés vis-à-vis d'une utilisation, les données développées au tableau 8 et tableau 9.

Une fois cette étape franchie, les particularités de certains procédés peuvent constituer autant d'avantages (ou d'inconvénients)

Tableau 13 – Éléments de comparaison des procédés de nitruration [40] [41]

| Caractéristiques | Nitruration gazeuse et sous pression réduite | Nitruration ionique | Nitruration bains de sels |
|--|--|--|---|
| Choix de la couche de combinaison | Oui | Oui | Non uniquement ϵ |
| Plage de température (1) | 510 à 600 °C | 400 à 600 °C | 565 à 590 °C |
| Absence de couche de combinaison | Oui (difficile) | Oui (maîtrisable) | Non |
| Épaisseur de la couche de combinaison | Réglable en $f(T, t, \text{composition, atm})$ | Réglable en $f(T, t, \text{composition, atm})$ | Réglable en $f(t)$ |
| Profondeur de diffusion | Non limitée $f(T, t, \text{acier})$ | Non limitée $f(T, t, \text{acier})$ | Limitée à 0,25 mm exceptionnellement 0,5 mm |
| Temps de traitement | 1 à 80 h (et au-delà) | 1 à 60 h (parfois 80 et au-delà) | < 1 à 6 h |
| Influence de la morphologie des pièces | Faible | Forte | Négligeable |
| Possibilité de réserves (protections) | Moyenne | Bonne | Mauvaise |
| Propreté aspect | Bon | Très bon | Moyen |
| Nitrocarburation | Oui | Oui | Toujours |
| Nitrocarburation + oxydation | Oui, si maîtrise des couches | Difficile | Procédé éprouvé |
| Facteurs de coût principaux | Temps et gaz | Amortissement et temps | Sels et déchets et nettoyage des pièces |
| Assurance qualité, contrôle du procédé | Contrôle des paramètres T , débits de gaz, sondes de mesure du potentiel | Contrôle des paramètres Difficultés liées à la forme des pièces | Très facile, contrôle de la chimie du bain |

(1) Quel que soit le procédé, des températures inférieures et supérieures sont possibles pour le traitement des aciers inoxydables (basse température), pour les nitrurations ferrito-austénitiques (haute température).

déterminants par rapport au choix. Le tableau **13** illustre quelques caractéristiques propres à chaque famille de procédés de traitement.

Citons les principales :

■ **La possibilité d'obtenir les diverses configurations de structure de la couche de combinaison**

Cet aspect est primordial dans la sélection d'un procédé puisqu'il détermine la possibilité de réponse à un cahier des charges donné. Les éléments de réponse pour les divers procédés ont été évoqués aux tableaux **8** et **13**.

■ **La température de traitement**

Une basse température de nitruration permet de traiter des aciers qui résistent mal au revenu tout en conservant des propriétés acceptables à cœur ; cela peut présenter un avantage pour éviter certains risques de déformation provenant de possibilités de relaxation des contraintes (pièces non stabilisées avant traitement par exemple).

■ **La profondeur de la couche de diffusion**

Les profondeurs de diffusion importantes ne peuvent pas être obtenues de façon satisfaisante en bain de sels ; de ce point de vue, les traitements ioniques et gazeux sont préférables.

■ **La morphologie des pièces**

Les résultats obtenus avec certains procédés sont sensibles à la morphologie des pièces ; traitements ioniques notamment.

■ **La possibilité de réalisation de réserves de nitruration**

Les diverses méthodes pour la mise en œuvre de réserves de nitruration ont été développées dans le tableau **7**. La simplicité de mise en œuvre associée à un procédé de nitruration pour une pièce donnée est souvent un facteur économique important du choix d'un procédé particulier.

■ **La possibilité de choisir les éléments diffusants**

Certains procédés ne permettent pas la mise en œuvre, en pratique, de variantes particulières (nitruration seule sans apport de carbone ou oxydation par exemple), ce qui peut avoir une incidence sur certaines propriétés d'utilisation particulières (tenue à la corrosion par exemple).

■ **Les exigences relatives à l'assurance qualité**

La possibilité de contrôle du procédé et sa traçabilité est un aspect qui a lui aussi son importance.

10. Conclusions

Les traitements de nitruration et nitrocarburation se sont fortement développés depuis la fin des années 60 et plus spécialement ces vingt dernières années grâce aux études scientifiques menées [M 1 223] [M 1 224], aux développements des capteurs et à l'exploitation des données par la modélisation. L'intérêt de ces technologies a trouvé sa source dans le développement des procédés assistés plasma (nitruration ionique) qui connurent en Europe et au Japon une implantation exponentielle au cours des décennies 80 et 90, et des procédés en bain de sels sans cyanure industrialisés dès 1975. Les procédés gazeux plus anciens étaient restés assez confidentiels et réservés aux seuls aciers dits de nitruration avec élimination de la couche blanche.

Les résultats obtenus avec les plasmas et les sels ont généré de nouvelles recherches sur les procédés gazeux en version nitruration et nitrocarburation avec mise en évidence des remarquables propriétés de la couche blanche ; les développements les plus importants sont à attribuer aux laboratoires allemands, français et anglais. Cette famille de traitement offre un panel d'applications venant compléter les procédés de carburation (cémentation), avec de nombreux avantages (limités par la profondeur influencée) en matière de frottement, en conditions limites de lubrification, d'usure et de grippage par petits débattements, de capacité de rodage et d'adaptation des surfaces.

Ces traitements se retrouvent dans tous les domaines de la mécanique en mouvement de l'automobile (notamment de compétition), du machinisme, de l'aéronautique, de l'hydraulique. Par rapport à la cémentation, le bénéfice de déformations moindres, générées par le traitement, est un atout majeur. La résistance à l'adoucissement par la température en est un autre. La possibilité d'obtenir une résistance à la corrosion est une offre nouvelle déjà très exploitée sur certains secteurs comme celui des tiges de vérins à gaz. Des progrès sur le plan de la fiabilité industrielle sont encore à obtenir, les laboratoires s'y emploient.

Nitruration et nitrocarburation

Matériaux mis en œuvre et propriétés d'emploi

par **Claude LEROUX**

Ingénieur du Conservatoire National des Arts et Métiers (CNAM)

Références bibliographiques

- [1] BELL (T.), SOHI (M.H.) et BLOYCE (A.). – *Energy beams in second generation surface engineering of aluminium and titanium alloys*. Heat treatment with high energy beams 2nd Seminar on Heat treatment Lisbonne, édition CEMUL (27-29 sept. 1989).
- [2] GERMIDIS (A.), RUZAFI (M.) et POLY (C.). – *Développement de nuances avec prise en compte des traitements de surface*. Communication séminaire Bodycote/Air Liquide (9-10 octobre 2008).
- [3] *Groupe de Travail CETIM. Projet de norme (NF A 02-051 : 1994). – Les traitements de nitruration et nitrocarburation des pièces mécaniques et outillages en acier*. Journée ATTT-OTUA-CETIM, Nitruration des outillages de forge à chaud, Éd. CETIM (7 fév. 1991).
- [4] CONFENTE (M.), MICHEL (H.) et POURPRIX (Y.). – *Mise au point d'aciers économiques aptes à la nitruration*. Revue Trait. Therm., 197, p. 67 à 72 (1985).
- [5] MONGIS (J.), PEYRE (J.P.) et TOURNIER (C.). – *Nitruration des aciers à dispersoïdes*. Revue Trait. Therm., 178 (1983).
- [6] PAILLEUX (A.). – *Aciers à outils de frappe à froid : choix des matériaux*. Éd. CETIM (1981).
- [7] REMI (B.), RUZAFI (M.) et TOURNIER (C.). – *Nuances d'acier destinées à la forge et à l'estampage*. Journée ATTT-OTUA-CETIM Nitruration des outillages de forge à chaud, Éd. CETIM (7 fév. 1991).
- [8] KLUMPER-WESTKAMP (H.). – *load-adapted nitriding and nitrocarburizing of forging dies for hot massive forming of steel*. Séminaire AWT-A3TS-SVW-VWT Aachen (29-30 avril 2010).
- [9] MICHEL (H.), MATHIEU (R.), PAILLEUX (A.), PEYRE (J.P.), POURPRIX (Y.) et LEVEQUE (R.). – *Nitruration ionique des aciers rapides (commission mixte ATTT/SFM)*. Revue Trait. Therm., 176, p. 25 à 29 (1983).
- [10] LEBRUN (J.P.), MICHEL (H.) et GANTOIS (M.). – *Nitruration par bombardement ionique des aciers inoxydables*. 18-10. Mémoire scientifique de la Revue de Métallurgie, 69, 727 à 738 (1972).
- [11] DESHAYES (S.), DALLE (R.M.), JACQUOT (P.), DENISSE (E.), MAZILLE (H.) et SNICKI (C.). – *Durcissement d'aciers inoxydables austénitiques par nitruration ionique sans altération de la tenue à la corrosion*. 9^e Congrès International du Traitement Thermique et de l'Ingénierie des surfaces et 5^e Internationaux de France du Traitement thermique, ATTT 94, Nice, PYC Éd., p. 511 à 512 (26-27-28 sept. 1994).
- [12] LEBRUN (J.P.). – *Évolutions et développements récents en nitruration ionique*. Journée ATTT « la nitruration », Paris, p. 45 à 62 (19 déc. 1993).
- [13] CHRISTIANSEN (T.) et SOMERS (M.). – *Low temperature gaseous surface hardening of stainless steel*. Séminaire AWT-A3TS-SVW-VWT, Aachen (29-30 avril 2010).
- [14] ROUX (T.), SAKER (A.), LEROY (C.), FRANTZ (C.) et MICHEL (H.). – *Mécanismes de nitruration à basse température des aciers inoxydables austénitiques dans les plasmas azote-hydrogène*. 9^e Congrès International du Traitement Thermique et de l'Ingénierie des surfaces et 5^e Internationaux de France du Traitement thermique ATTT 94 Nice, PYC Éd., p. 291 à 300 (26-27-28 sept. 1994).
- [15] CZELLUSNIAK (A.), LANGELAAN (G.) et KALUCKI (J.). – *Precision nitriding of stainless steels*. Séminaire AWT-A3TS-SVW-VWT Aachen (29-30 avril 2010).
- [16] *Conseils pour le traitement thermique des aciers à outils*. Collection ATS OTUA (1983).
- [17] SALVI (B.), PITTION (B.) et PAILLEUX (A.). – *Les nitrurations : choix du procédé en fonction de l'application*. Journée ATTT « la nitruration », Paris (17 déc. 1993).
- [18] MICHEL (H.) et GANTOIS (M.). – *Mécanismes de la nitruration des alliages ferreux et perspectives d'évolution des procédés de traitement*. Journée ATTT « La nitruration », Paris (déc. 1993).
- [19] EDENHOFFER (B.), LERCHE (W.) et CAZENAVE (P.). – *Gaseous nitrocarburizing : problems and solutions with today's technology*. 9^e Congrès International du Traitement Thermique et de l'Ingénierie des surfaces et 5^e Internationaux de France du Traitement thermique ATTT 94, Nice, PYC Éd., p. 205 à 214 (26-27-28 sept. 1994).
- [20] KNERR (C.H.), ROSE (T.C.) et FILKOWSKY (J.H.). – *Gas nitriding Metals Handbook*, vol. 4 ASM International, p. 387 à 409 (1991).
- [21] *ASM Committee on Liquid Nitriding*. Liquid Nitriding. *Metals Handbook*, vol. 4 « Heat Treating » ASM international, p. 410 à 419 (1991).
- [22] LEROUX (C.). – *Les nitrocarburations ou nitrurations epsilon*. Trait. Therm., n° 196, p. 29 à 35 (nov. 1985).
- [23] JACQUOT (P.), DAMOND (E.) et CHARRIER (C.). – *Revêtements PVD et traitements thermochimiques appliqués aux outillages de presse*. Journée CETIM GIMEF « Outillages de Presse » Éd. CETIM (22 juin 1994).
- [24] TORCHANE (L.), BILGER (P.), DULCY (J.) et MICHEL (H.). – *Oxy-nitruration*. Compte rendu de la commission CETIM Traitements Thermiques et Thermomécaniques. Réunion (7 juin 1994).
- [25] MONGIS (J.), PEYRE (J.P.) et TOURNIER (C.). – *Attaque micrographique des couches nitrurées*. Étude CETIM, n° 106470 (juin 1989).
- [26] *Groupe de travail CETIM Projet de norme*.
- [27] CONVERT (F.) et MIREGE (B.). – *Analyse des couches de combinaison par diffraction X*. Séminaire ATTT-AWT-SWT-VWT 10, Aachen (12 avril 2002).
- [28] TARRAZONA (A.). – *La nitruration gazeuse*. Trait. Therm., n° 68 (1972).
- [29] KLOOS (K.H.), KUHN (G.), MAGIN (W.) et SCHOLZ (F.). – *Quantitative Bewertung der oberflächentechnischen Grosseinflüsse plasmantrierter Probestäbe beim Unlaufbiege und Zug-Druck Beanspruchung*. Härtereitechnische Mitteilungen (1984).
- [30] BOIRE (M.) et CHAIZE (C.). – *Engrenages cémentés ou nitrurés ?*. Congrès Mondial des Engrenages, Paris France, vol. 1, p. 673 à 692 (22-24 juin 1972).
- [31] PITTION (B.). – *L'avenir métallurgique des engrenages*. Journées ATTT, Aix-en-Provence (19-20-21 sept. 1985).
- [32] HEF. – *Manuel industriel de l'usure et du grippage*. Éd. Science et Industrie (1973).
- [33] GIRONDIN (D.) et MORAUX (J.Y.). – *L'acier 32CrMoV13 nitruré profond pour applications aéronautiques*. Séminaire ATTT-AWT-SWT-VWT 1, Aachen (12 avril 2002).

- [34] OLIVIER (J.). – *La nitruration au bain de sel : procédé Tenifer*. La Technique Moderne, n° 11, p. 520 à 525 (nov. 1966).
- [35] MONGIS (J.), PEYRE (J.P.), DUCHATEAU (D.), MICHEL (H.), LEROY (C.) et KONKOLY (T.). – *Tenue à la corrosion des couches nitrurées parachevées par oxydation*. Journée ATTT « la nitruration », Paris, p. 103 (17 déc. 1993).
- [36] BIESTEK (M.), CZELUSNIAK (A.), IWANOW (J.), KORWIN (M.), LILIENTAL (W.) et TACKOWSKI (J.). – *Optimization of corrosion and wear properties of steel component surfaces by controlled gas nitriding*. 12th International Corrosion Congress, Houston, Texas vol. 5A (sept. 19-24, 1993).
- [37] SOLA (R.), POLI (G.), VERONESI (P.), GIOVANNARDI (R.) et ZANOTTI (A.). – *Effects of surface morphology on the wear and corrosion resistance of post-treated nitride and nitrocarburized 42CrMo4 steel*. Séminaire AWT-A3TS-SVV-VWT Aachen (29-30 avril 2010).
- [38] Association Technique de Traitement Thermique (ATTT). – *Le traitement thermique des aciers sous atmosphère*. PYC Édition, Paris (1980).
- [39] RABET (E.) et VOLLAIRE (J.). – *Rapport d'étude. Traitements des matériaux*. Lycée Technique Diderot (1994). [56] Association Technique de Traitement Thermique (ATTT).
- Le traitement thermique des aciers sous atmosphère. PYC Édition, Paris (1980).
- [40] ARIMOTO (K.), IKUTA (F.) et YAMANAKA (S.). – *Studies on distortions in nitrated steel cylinders using computer simulation*. Séminaire AWT-A3TS-SVV-VWT Aachen (29-30 avril 2010).
- [41] GT animé par LEROUX (C.), avec MM BORRON, BLOIS, DAJOUX, FAURE, FOREST, FRADE, THELLISON. – *Les procédés de nitruration appliqués aux outillages de forge à chaud*. Journée ATTT-OTUA-CETIM Nitruration des outillages de forge à chaud, Éd. CETIM (7 fév. 1991).

À lire également dans nos bases

MURRY (G.). – *Aciers de construction mécanique pour traitements thermiques*. [M 315] (1992).

MURRY (G.). – *Données numériques sur les aciers de construction mécanique pour traitements thermiques*. [M 318] (1992).

COLOMBIE (M.). – *Aciers inoxydables*. [M 320 A].

MURRY (G.). – *Transformations dans les aciers*. [M 1 115] (1998).

MURRY (C.). – *Traitements thermiques dans la masse des aciers. Partie 2.* [M 1 127] (2000).

LEVEQUE (R.). – *Traitements superficiels des aciers à outils*. [M 1 135] (2003).

PARENT-SIMONIN (S.) et MARGERIE (J.C.). – *Traitements thermiques des fontes*. [M 1 145] (2001).

GANTOIS (M.) et DULCY (J.). – *Théorie des traitements thermochimiques – Nitruration – Nitrocarburation : couches de diffusion*. [M 1 223] (2012).

DULCY (J.) et GANTOIS (M.). – *Théories des traitements thermochimiques – Nitruration – Nitrocarburation – Systèmes binaire et ter-*

naire fer-azote et fer-azote-carbone – Couche de combinaison. [M 1 224] (2010).

LEROUX (C.). – *Cémentation par le carbone et carbonitruration – Mise en œuvre des traitements*. [M 1 226] (2011).

LEROUX (C.). – *Nitruration et nitrocarburation – Procédés et pratiques industrielles*. [M 1 227] (2012).

LEVEQUE (R.). – *Aciers à outils*. [M 4 586] (2003).

Normes et standards

| | | | |
|-------------|--|-------------|---------------------|
| NF EN 10083 | Aciers pour trempe et revenu. | NF EN 10088 | Aciers inoxydables. |
| NF EN 10084 | Aciers de cémentation et carbonitruration. | NF ISO 4957 | Aciers à outils. |
| NF EN 10085 | Aciers pour nitruration. | | |