

# TP UEI REPA-COPA

## Traitements thermochimiques des surfaces :

### Vers l'optimisation des paramètres matériau-procédé-propriétés d'usage

**Résumé** *Ce TP a pour objectif l'étude des conditions de traitements thermiques et thermochimiques appliqués aux aciers. Il est question de donner les éléments de compréhension et d'analyses nécessaires à l'optimisation des conditions de traitements thermiques et thermochimiques afin de répondre aux sollicitations d'une pièces mécanique.*

Documents à disposition (liste non exhaustive) :

- Abaques OTUA de trempes et courbes de refroidissement.
- Diagrammes TTT et TRC.
- Diagramme de revenu.
- A.J.Fuller, Jr., Introduction to Carburizing and Carbonitriding, Steel Heat Treating Fundamentals and Processes. Vol 4A, ASM handbook, ASM International, 2013, pp.505-521.
- Techniques de l'ingénieur, divers articles sur les traitements de surface et les traitements thermochimiques.
- S.Jégou, Cours : Méthodes diffractométriques...Vers l'analyse des matériaux cristallins et de leurs propriétés.
- S.Jégou, Cours : Traitements de surfaces - Nitruration gazeuse des aciers de construction ) Optimiser la durée de vie en fatigue.

# 1 Compétences

Ce projet a pour objectifs de développer les notions suivantes :

- savoir analyser des conditions de chargement en service ;
- savoir définir un cahier des charges mécanique et matériau ;
- savoir identifier et définir les phénomènes (physique, chimique, métallurgique, mécanique) mis en jeu ;
- savoir identifier et définir des procédés ;
- choisir les techniques d'analyses et de caractérisations des matériaux ;
- rédiger un rapport d'étude.

# 2 Organisation

Quatre séances de travail sont programmées sur les traitements thermochimiques de surface.

Chaque groupe de travail sera constitué de 5 à 6 étudiants.

Le travail consistera en une étude bibliographique, à la caractérisation d'échantillons, à l'analyse de résultats de caractérisations expérimentales, à la discussion des résultats et enfin aux conclusions et perspectives à donner. L'étude se concentrera sur deux traitements thermochimiques des aciers : la cémentation et la nitruration.

Chaque groupe devra présenter son travail à l'oral (30 min + 30 min de questions) lors de la 4<sup>ème</sup> et dernière séance comportant :

- une introduction ;
- l'analyse de la problématique ;
- l'analyse du cahier des charges ;
- une étude bibliographique des traitements thermochimiques et une comparaison de ceux-ci ;
- une présentation des résultats expérimentaux ;
- une discussion des résultats expérimentaux ;
- une discussion quant aux optimisations de traitements thermiques et thermochimiques retenues ;
- une conclusion

# 3 Problématique

On considère un engrènement entre deux pièces métalliques en acier faiblement allié. La Figure 2 schématise ce contact. Le contact sera simplifié de la manière suivante :

- Contact linéique selon l'axe x ;
- Contact sans frottement ;

- Longueur de contact : 20 mm ;
- Effort normal  $F_N$  selon l'axe  $z$  : 10 kN ;
- Rayon Solide 1 : 5 mm ;
- Rayon Solide 2 : 5 mm ;
- Température de service : 125 °C ;
- Température extrême : 400 °C.

Afin de répondre aux exigences de chargements mécaniques, et afin de garantir une durée de vie infinie à ces pièces, les engrenages sont réalisés schématiquement de la manière suivante :

- traitement thermique d'homogénéisation du brut (recuit 850 °C, refroidissement lent) ;
- usinage des ébauches de pièces ;
- traitements thermiques de trempe (850 °C, 30 min, huile) et revenu (620 °C, 2 h) ;
- dégraissage et nettoyage des surfaces ;
- traitements thermochimiques de nitruration (550 °C, 5 h,  $K_N = 4.0 \text{ atm}^{-1/2}$ ) ;
- rectification des surfaces.

Aujourd'hui, le bureau d'étude souhaite :

- modifier les conditions de service en gardant les mêmes engrenages mais en augmentant les efforts normaux par un facteur 2 ;
- se passer de l'étape de revenu ;
- supprimer l'étape de rectification.

**On vous demande de proposer un nouvel enchaînement de procédés permettant de répondre à ces nouvelles contraintes, en précisant les optimisations possibles des paramètres de traitements thermiques et thermochimiques.**

## 4 Travail à réaliser

Vous avez à disposition différents échantillons. Ils pourront vous servir à illustrer l'influence de certains paramètres de traitements thermiques et/ou thermochimiques.

### 4.1 Échantillons cémentés

Les échantillons sont en acier de nuance 16NiCr6. La composition est donnée dans le Tableau 1. Ils sont de forme cylindrique de 25 mm et de longueur moyenne 25 mm.

Deux échantillons ont subi un traitement de cémentation en phase solide, ou encore « pack carburizing », à 950 °C pendant 0,5 et 1,5 h respectivement suivi d'un refroidissement lent. Le traitement s'est déroulé dans un four Pyrox FC1710.

Les propriétés finales des pièces sont données par une austénitisation à 930 °C pendant 50 min suivi d'une trempe huile.

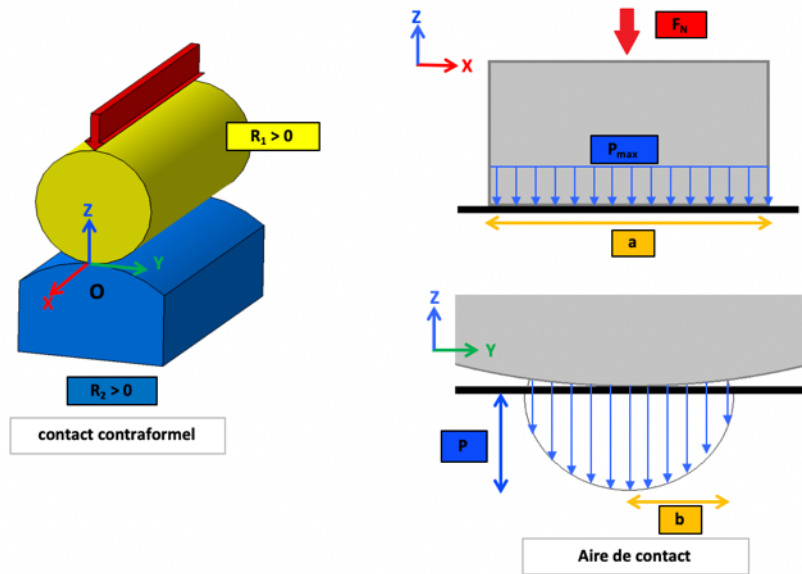


FIGURE 1 – Schema du contact simplifié entre deux engrenages. Le frottement est négligé.

Nuance : 16NiCr6 (AFNOR : 16NC6)							
%m. d'éléments							
C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Cu	Fe
0,15	0,55	0,30	1,38	0,82	0,09	0,11	bal.

Tableau 1 – Composition chimique des échantillons de nuance 16NiCr6.

## 4.2 Echantillons nitrurés

Les échantillons sont en acier de nuance 42CrMo4. La composition est donnée dans le Tableau 2. Ils sont de forme parallélépipédique de  $17 \times 13 \times 5 \text{ mm}^3$ .



FIGURE 2 – Pièce en acier de nuance 42CrMo4 avant nitruration.

Les échantillons ont subi un traitement de nitruration en phase gaz au sein d'une thermobalance Setaram SETSYS Evolution ATG-16/18.

Les conditions de traitements de ces échantillons sont données dans le Tableau 3, ainsi que sur les boîtes d'échantillons.

Le Tableau 4 définit les potentiels de nitruration  $K_N$  des différents traitements.

Nuance : 42CrMo4 (AFNOR : 42CD4)					
%m. d'éléments					
C	Mn	Cr	Mo	Al	Fe
0,42	0,81	1,05	0,185	0,024	bal.

Tableau 2 – Composition chimique des échantillons de nuance 42CrMo4.

Référence échantillon	Trempe			Revenu		Nitruration		
	T (°C)	t (min)	milieu	T (°C)	t (h)	T (°C)	t (h)	$K_N$
1A, 1B	850	30	air	-	-	-	-	-
2A, 2B	850	30	eau	-	-	-	-	-
3A, 3B	850	30	eau	600	1	-	-	-
4A, 4B	850	30	eau	600	1	-	-	-
1N, 1AN	850	30	air	-	-	550	5	4,37
2N, 2AN	850	30	eau	-	-	550	5	4,37
3N	850	30	eau	600	1	550	5	4,37
4N, 4AN	850	30	eau	600	1	550	5	0,3
A	850	40	eau	620	2	-	-	-
B	850	40	eau	590	1	-	-	-
C	850	40	eau	-	-	-	-	-
A-1	850	40	eau	620	2	550	5	3,7
A-2	850	40	eau	620	2	550	5	0,3
A-3	850	40	eau	620	2	480	5	3,7
B-4	850	40	eau	590	1	550	5	3,7
C-5	850	40	eau	-	-	550	5	3,7
A-6-R	850	40	eau	620	2	550	5	3,7
+ revenu 500 °C, 5 h								

Tableau 3 – Traitements thermiques et thermochimiques des échantillons de nuance 42CrMo4.

## 4.3 Caractérisations expérimentales

### 4.3.1 Généralités

Réalisez les caractérisations expérimentales nécessaires à votre étude (microscopie optique, filiation de dureté, microscopie électronique à balayage, diffraction des rayons X).

$K_N$ ( $\text{atm}^{-1/2}$ )	% de gaz dans le mélange		
	NH <sub>3</sub>	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>
4,4	63,0	9,2	27,8
3,7	60,0	10,0	30,0
0,3	15,0	21,2	63,8

Tableau 4 – Potentiels de nitruration  $K_N$  des traitements de l'étude.

Vous justifierez les techniques de caractérisation choisies.

Pour les filiations de dureté, on prendra soin de définir la profondeur efficace de traitement comme étant la profondeur à laquelle le durcissement est supérieur de 100 HV0.2 à celui du matériau de base.

### 4.3.2 Analyses de contraintes résiduelles par diffraction des rayons X

#### Cémentation :

La cémentation ayant été réalisée en phase solide, la pièce doit être austénitisée à 930 °C pendant 30 min, puis trempée à l'eau afin de lui conférer ses propriétés finales.

Réalisez un polissage électrochimique d'une des faces planes du cylindre, afin d'atteindre une profondeur d'environ 200 microns sous la surface.

Réalisez une première analyse de contraintes résiduelles à 200 microns sous la surface cémentée.

Réalisez un revenu de 2 h à 200 °C.

Réalisez une deuxième analyse de contraintes résiduelles au même point que précédemment.

Nitruration : Vous caractérisez l'état de contraintes résiduelles à environ 50 microns sous la surface (polissages déjà réalisés) des pièces suivantes :

- B-4
- A-6-R

## 5 Techniques expérimentales

### 5.1 Polissage « miroir »

Afin d'observer des microstructures, ou réaliser des filiations de dureté Vickers, il est essentiel d'éliminer tous les défauts des surfaces pouvant empêcher, dégrader ou encore modifier les observations et les conclusions métallurgiques. Les surfaces à observer sont ainsi polies « miroirs ».

Pour faciliter le polissage, les échantillons peuvent être enrobés dans une résine à chaud (sombre de type bakélite) ou à froid (transparente de type époxy).

Afin de réaliser des observations de meilleure qualité et ne pas passer à côté d'informations, le polissage est une opération qui demande patience, rigueur et propreté.

Le polissage miroir est obtenu par différents polissages successifs. Un exemple de protocole dans le cas des aciers vous est donné ci-après :

- Polissage abrasif P180 ;
- Nettoyage à l'eau ;
- Polissage abrasif P500 ;
- Nettoyage à l'eau ;
- Polissage abrasif P1200 ;
- Nettoyage à l'eau ;
- Séchage éthanol puis sèche-cheveux ;
- Polissage feutrine avec solution de carbure de silicium 3 microns ;
- Nettoyage à l'eau ;
- Séchage éthanol puis sèche-cheveux ;
- Polissage feutrine avec solution de carbure de silicium 1 microns ;
- Nettoyage à l'eau ;
- Séchage éthanol puis sèche-cheveux (ou air comprimé sec).

Afin de minimiser la présence de rayures sur les surfaces polies, il est conseillé :

- dans le cas d'un polissage manuel, de tenir l'échantillon en une position fixe sur le disque de polissage et de ne pas le déplacer sur ce dernier.
- nettoyer l'échantillon sous un filet d'eau entre chaque disque de polissage tout frottant la surface polie.
- nettoyer les disques de polissage sous l'eau après utilisation.

Il peut être judicieux de contrôler au microscope optique l'état de la surface lors des polissages successifs, notamment lors des dernières étapes de polissage sur feutrines. Si des rayures persistent, il peut être utile de nettoyer le disque ou encore de revenir au disque précédent.

Le temps de polissage et la force exercée sur l'échantillon lors du polissage sont deux paramètres empiriques propres à chaque opérateur. Des protocoles sont proposés en fonction de la dureté des matériaux et de leur composition chimique mais ne constituent pas de recettes miracles. De manière générale, il est conseillé de tourner l'échantillon de 90 degrés entre deux disques de polissage afin d'identifier plus facilement le temps à partir duquel il est possible de passer au disque suivant (élimination des rayures à 90 degrés dues au polissage précédent). La présence de rayures peut également être due à une force de polissage insuffisante.

Une fois le polissage miroir satisfaisant (sans rayures, sans poussières), la microstructure peut être révélée grâce à une attaque chimique par attaque différentielle des différentes phases et défauts composant le matériau. Dans le cas des aciers, une attaque couramment employée permettant de révéler les différentes phases est le Nital 3, 5 ou 8 % (solution d'acide nitrique dilué dans de l'éthanol). L'attaque dure quelque secondes

à quelque minutes. Il est essentiel d'être attentif au changement de teinte de la surface. L'attaque chimique est stoppée en passant l'échantillon sous un filet d'eau. Il est ici déconseillé de toucher la surface de l'échantillon au risque de la rendre inobservable. L'échantillon est de nouveau séché à l'éthanol puis au sèche-cheveux (ou air comprimé sec).

Il peut être judicieux de vérifier au microscope optique l'état de la surface après attaque chimique. Si la microstructure n'est pas évidente, poursuivez l'attaque chimique. Si la microstructure présente un aspect brûlée, trop sombre, sans possibilité de distinguer les différentes composantes microstructurales, il est nécessaire de repolir la surface par un polissage feutrine avec solution de carbure de silicium 1 microns jusqu'à éliminer l'attaque chimique, puis de recommencer cette dernière en adaptant le temps d'attaque.

## 5.2 Microscopie

Les observations des microstructures seront réalisées :

- au microscope optique. Après polissage miroir, les microstructures doivent être révélées par attaque chimique au Nital.
- au microscope électronique à balayage. Après polissage miroir, un échantillon sera nettoyé par ultrasons en l'immergeant dans un bécher rempli d'éthanol, puis poser dans le bac à ultrasons pendant 10 minutes.

Des micrographies sont prises en diverses zones jugées utiles et intéressantes, ainsi qu'à différents grossissements. Une micrographie est toujours présentée avec une barre d'échelle.

## 5.3 Filiation (ou profil) de dureté

Les filiations (ou profils) de dureté seront réalisées en respectant les conditions opératoires suivantes :

- Analyse en coupe transverse ;
- Polissage miroir ;
- Charge 0,2 kg (HV0.2) ;
- Temps d'essai : 10 s ;
- Nitruration : 1er point à 30  $\mu\text{m}$  sous la surface, puis tous les 30  $\mu\text{m}$
- Cémentation : 1er point à 30  $\mu\text{m}$  sous la surface, puis tous les 100  $\mu\text{m}$
- 3 essais par profondeur. Vous relèverez la moyenne avec l'écart-type. Vous prendrez soin de respecter une distance minimale entre deux indentations de 2,5 fois la diagonale de la première empreinte.

## 5.4 Analyses de contraintes résiduelles

Les analyses de contraintes résiduelles sont réalisées par diffraction des rayons X selon les conditions opératoires suivantes :

- Analyse en coupe parallèle ;



- Goniomètre Siemens D500 à détecteur linéaire ;
- Radiation du chrome  $K\text{-}\alpha_1\text{-Cr} = 0,2289726$  nm (filtre de vanadium) ;
- Famille de plans 211 de la phase alpha du fer ( $2\theta = 156^\circ 07'$ ) ;
- Collimateur de 2 mm ;
- 1 direction d'analyses  $\phi = 0^\circ$  ;
- 13 angles  $\psi$  (= acquisition de 13 pics de diffraction) ;
- Temps d'acquisition : 40 s / pic ;
- Position du pic : lissage par fonction Pseudo-Voigt ;
- Calcul des contraintes : méthode de l'ellipse ;
- Erreur sur les contraintes : x2 écart-type ;
- Module d'Young : 210 GPa ;
- Coefficient de Poisson : 0,29 ;
- Coefficient d'anisotropie RX : 1,39 ;
- Temps total d'analyse par point : 20 min