

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE

SCIENTIFIQUE

جامعة عمار تليجي الأغواط

UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT



كلية التكنولوجيا

FACULTE DE TECHNOLOGIE

قسم الهندسة الميكانيكية

DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

MEMOIRE DE MASTER

DOMAINE : Sciences et Technologies

FILIERE : Génie Mécanique

OPTION : Génie des Matériaux

*Réalisation des couches de carbures de chrome par le procédé
de diffusion thermo-réactive (TRD) dans des sels fondus*

PRESENTE PAR :

SOUIAH ABDELMALEK

ENCADRE PAR :

MR. ALLAOUI OMAR

Soutenue le **21/06/2023**, Devant le jury composé :

Mr. Benhorma Hadj Aïssa	Prof	U. Laghouat	Président
Mr. Zidelmali Sami	MCA	U. Laghouat	Examineur
Mr. Allaoui Omar	Prof	U. Laghouat	Encadreur
Mr. Hocine Dehina	MAA	U. Laghouat	Co-Encadreur

Année Universitaire : 2022-2023

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciement

*Tout d'abord, je remercie **ALLAH** pour son aide, ses innombrables dons et **ALLAH** qui me donne la force, la volonté et le moral, pour terminer ce mémoire de master.*

Ce travail a été réalisé au niveau de laboratoire SDM de l'université de Laghouat, je tiens à remercier la responsable de laboratoire le Mr. Barkat Redouane de sa disponibilité et son aide précieuse pour la réalisation de ce travail. Merci encore une fois.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude et reconnaissance à mon promoteur le Mr. Allaoui Omar de m'avoir proposé ce sujet et consenti tant d'efforts et de temps pour diriger ce travail de si près et de m'initier à la recherche.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à mon co-promoteur le Mr Hocine Dehina qui a su me soutenir dans les problèmes et les difficultés que l'on trouve à l'orientation d'un tel travail. Qu'il trouve en ces quelques lignes l'assurance de mon profond respect et de mes sentiments de gratitude.

Je remercie tous les membres de jury de cette thèse. Je le prie de trouver ici l'expression de mes plus sincères remerciements.

Mes vifs remerciements vont également à ma famille, mes chers parents pour leurs soutiens, compréhension et patience tout au long de mon cursus.

Enfin, que toutes les personnes qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail trouvent ici ma profonde reconnaissance.

SOUIAH ABDELMALEK

Dédicace

Je dédie ce travail

À mes chers parents

À mes chères sœurs

À tous mes amis

À mes oncles, mes tantes et leurs familles

À toutes la promotion de master 2 SDM

À tous ceux qui me sont chers

Sommaire

Inroduction Generale	1
-----------------------------------	----------

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.0 Introduction	3
I.1 Traitement Et Revêtement De Surface	3
I.1.1 Définitions	3
I.1.2 Types Des Traitements De Surfaces	3
I.1.3 Traitement Thermochimique Par Diffusion	5
I.1.3.1 Traitements Par Diffusion Des Métalloïdes	6
I.1.3.2 Traitements Par Diffusion Des Métaux	7
I.1.4 Traitement De Conversion	8
I.2 Les Procédés D'élaborations D'un Revêtement Surfaccque.....	8
I.2.1 Notion D'un Revêtement Surfaccque	8
I.2.2 Dépôts physiques en phase vapeur (PVD)	9
I.2.3 Dépôts chimiques en phase vapeur (CVD)	10
I.3 La Méthode De Revêtement (TRD)	10
I.3.1 Définition.....	10
I.3.2 Principe Générale.....	11
I.3.3 Mécanisme De Revêtement.....	12
I.3.4 Les Types Des Revêtements Formes	12
I.3.4.1 Les Revêtements En Carbures.....	12
I.3.4.2 Les Revêtements En Nitrures	14
I.3.4.3 Les Facteurs Contrôlant Le Taux De Croissance De Revêtement.....	15
I.3.5 Processus De TRD.....	16
I.3.6 Méthode D'immersion En Bain De Sel Fondu	19
I.3.6 Procédures pratiques de revêtement.....	20
I.3.6.1 Revêtement du carbure.....	20
I.3.6.1.1 Type de réactifs de revêtement.....	20
I.3.6.1.2 Des Types de substrats.....	21
I.3.6.1.3 Durcissement du substrat.....	21
I.3.6.2 Revêtement de nitrure	21
I.3.6.2.1 Type de réactifs de revêtement.....	21
I.3.6.2.2 Des Types de substrats.....	21
I.3.6.2.3 Durcissement des substrats	22
I.3.7 Applications de TRD.....	22

Chapitre II : Matériaux et procédures expérimentales

II.0 Introduction.....	23
II.1 Matériau Utilisé.....	23
II.1.1 Domaine d'application.....	23
II.2. Procédure Expérimentale	24
II.2.1. Les Préparations préliminaires avant le traitement TRD	24
II.2.1.1 La Préparation Des Poudres	24
II.2.1.2 Polissage Mécanique.....	25
II.2.1.3 La préparations des creusets	25
II.2.2 Traitements TRD a bain de sel fondu.....	26
II.2.3 Les Préparations Des Echantillons Après Le Traitement TRD	29
II.2.3.1 Découpage	29
II.2.3.2 Enrobage	29
II.2.3.3 Le polissage	30
II.2.3.4 Attaque chimique.....	31
II.3 Techniques De Caractérisation.....	31
II.3.1 Microscope Optique.....	31
II.3.1.1 Principe générale de microscope Optique	31
II.3.2 Microscope Electronique à Balayage (MEB)	32
II.3.3 Microdureté.....	35

Chapitre III : Résultats et discussions

III.0 Introduction	37
III.1 Micrographies Optiques De L'acier De Base Xc38.....	37
III.2 Caractérisation Microstructurale Des Couches Formées.....	37
III.3 Essai micro-dureté	43
Conclusion Générale	
Résumé	
Références bibliographiques	

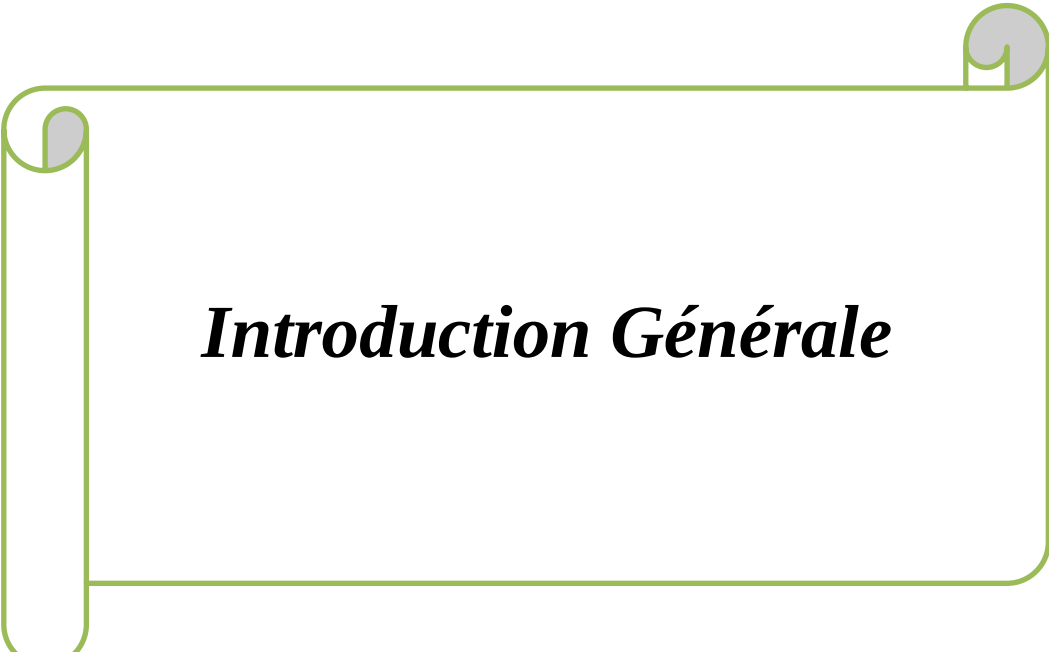
Liste Des Figures

<i>Chapitre I</i>	<i>Page</i>
Figure I.1: Représentation schématique des familles des traitements de surface	4
Figure I.2 : Etapes principales d'un traitement thermochimique de diffusion	6
Figure I.3: Représentation schématique d'un revêtement.	9
Figure I.4 : Principe général de procédé PVD	10
Figure I.5: Principe générale de procédé TRD	11
<i>Chapitre II</i>	
Figure II.1: Balance analytique OHAUS et les poudres utilisées pour traitement TRD a bain de sel fondu	24
Figure II.2 : Polisseuse électrique de marque STRUERS	25
Figure II.3 : les deux creusets cylindriques et leurs dimensions	26
Figure II.4 : Représentation schématique de trois étapes principales	27
Figure II.5 : L'acier XC38 qui est suspendu par câble qui résiste aux températures élevées	28
Figure II.6 : L'opération de l'introduction de substrat (XC38) dans le mélange	28
Figure II.7 : L'introduction de complexe (le creuset + substrat) dans le four à 950 °C	28
Figure II.8 : Le creuset après 4h de traitement	28
Figure II.10 : Résine SK200 avec le durcisseur	30
Figure II.11 : Les échantillons dans les moles cylindriques	30
Figure II.12 : Echantillon enrobé	30
Figure II.13 : Microscope optique LIECA DMLM	32
Figure II.14 : Microscope électronique à balayage VEGA3 SBH (TESCAN)	33
Figure II.15 : Principaux constituants d'un microscope électronique à balayage (MEB)	34
Figure II.16 : le microduromètre Mitutoyo MVK-H2	36
Figure II.17 : Principe de l'essai Vickers	36

Chapitre III	
Figure III.1 : Micrographies optique de l'acier XC38 avec grossissement 200× et 500×	36
Figure III.2 : Micrographie en MO montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur « Cr » (200X)	37
Figure III.3 : Micrographie en MO montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur « Cr » (500X)	37
Figure III.4 : Micrographie en MEB montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur « Cr »	37
Figure III.5 : Micrographie en MEB montre l'épaisseur de couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur « Cr »	37
Figure III.6 : Spectre EDS obtenus par MEB de la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur « Cr »	38
Figure III.7 : l'analyse ponctuelle de composition chimique par MEB de la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur « Cr »	38
Figure III.8 : Micrographie en MO montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du ferrochrome « Fe-Cr » (200X)	39
Figure III.9 : Micrographie en MO montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du ferrochrome « Fe-Cr » (500X)	39
Figure III.10 : Micrographie en MO montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du Ferro-Titane « Fe-Ti » (200X)	40
Figure III.11 : Micrographie en MO montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du Ferro-Titane « Fe-Ti » (500X)	40
Figure III.12 : Micrographie en MEB montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du Ferro-Titane « Fe-Ti »	40

Liste Des Tableaux

<i>Chapitre I</i>	<i>Page</i>
Tableau I.1 : Classification des procédés des traitements de surface	5
Tableau I.2 : Éléments diffusants et traitements thermochimiques	7
Tableau I.3 : Revêtements de carbure qui peuvent être formés sur le fer et l'acier par revêtement TRD	13
Tableau I.4 : Revêtements de nitrure qui peuvent être formés sur le fer et l'acier par Revêtement TRD	14
Tableaux I.5 : les avantages et les inconvénients des différents procédés de revêtement TRD	18
Tableau I.6 : Les poudres qui peuvent être utilisées dans le bain de sel fondu pour la formation des carbures de chrome.	19
<i>Chapitre II</i>	
Tableau II.1 : Compositions chimiques en % de l'acier au carbone XC38	23
Tableau II.2 : Caractéristiques mécanique de l'acier XC38	23
Tableau II.3 : Les pourcentages et la masse des poudres utilisée	24



Introduction Générale

Le choix d'un matériau pour une application donnée nécessite de s'assurer sa durabilité dans ses conditions d'emploi, Aujourd'hui les objectifs techniques et économiques des industriels de tous les secteurs vont dans le sens de la réduction des coûts et de l'amélioration des performances. Les pièces constitutives de machines ou équipements, de dimensions de plus en plus réduites, doivent résister à des sollicitations nombreuses :

- ✚ Sollicitations internes : contraintes mécaniques, fatigue, fluage... ;
- ✚ Sollicitations externes : frottement, abrasion, température, érosion ... ;
- ✚ Sollicitations environnementales : corrosion, oxydation, attaque chimique, chaleur...

Les traitements thermochimiques vont permettre de conférer à chaque zone la propriété de surface nécessaire à son fonctionnement, tout en autorisant des choix de matériaux de base compatibles avec les propriétés à cœur recherchées. [1]

Les traitements thermochimiques ou superficiels concernent une vaste famille de procédés dont l'objectif est d'augmenter les performances mécaniques des pièces traitées.

Le procédé de diffusion thermo-réactive **TRD** est un traitement de revêtement thermochimique qui produit des couches compactes de carbures, de nitrures et de carbonitrures, sur certains matériaux contenant du carbone/azote comme les alliages à base de fer, de nickel et de cobalt, et principalement sur des substrats en acier. [2]

Dans le procédé TRD, une pièce contenant du carbone ou de l'azote est apportée en contact avec un milieu contenant des éléments formant du carbure (CFE) et/ou des éléments formant du nitrure (NFE), à température élevée (800-1200 °C). L'un des éléments formant le carbure ou le nitrures, diffuse de milieu vers la surface la pièce par un procédé thermochimique et forme une couche de carbure ou de nitrures sur la surface. [2]

Le but de ce travail est d'essayer de réaliser des revêtements en carbure sur la surface de d'un substrat d'acier XC38 par le procédé TRD a bain de sel fondu à travers trois différents mélanges des poudres contenant le chrome (Cr) , le ferro-Chrome (Fe-Cr) et le ferro-titane (Fe-Ti) come des éléments formateur de carbure (CFE).

La comparaison des couches produites en termes de qualité de couche, épaisseur de couche et la dureté de couche.

Le travail se divise en trois chapitres :

- I.** Le premier concerne la recherche bibliographique,
- II.** Le deuxième concerne les techniques expérimentales utilisées, le matériel employé, et les méthodes choisies pour le traitement et la caractérisation.
- III.** La troisième traite les résultats obtenus, ainsi que les interprétations.

Enfin, une conclusion récapitule l'ensemble du travail.

Chapitre I :
Etude Bibliographique

1.0 Introduction

Le but de ce chapitre consiste à rappeler les données bibliographiques nécessaires pour positionner le contexte de cette étude. Ce chapitre débutera par un rappel sur les traitements et revêtements de surface. En second lieu nous allons aborder sur les procédés de revêtement les plus répandus. On introduira ensuite à la méthode de diffusion thermo-réactive (TRD) qui constitue l'objectif principal de notre travail.

1.1 Traitement Et Revêtement De Surface

1.1.1 Définitions

Les « Traitements de surface » sont l'ensemble de différents procédés réalisés à la surface d'une pièce, généralement de l'ordre de quelques microns, qui confèrent au matériau des propriétés de surface différentes de celles qui existent à l'intérieur du matériau. [3]

Le concept de traitement de surface par revêtement est une technique de plus en plus utilisée. Elle consiste à améliorer les propriétés à la surface par dépôt d'un film mince (de quelque micrométrique μm). Cette couche appelée revêtement, peut être utilisée pour améliorer les propriétés mécanique (dureté, usure, frottement), la propriété chimique (protection contre la corrosion) optique (film réfléchissant ou absorbant...) ce dernier consiste à substituer à la surface d'origine d'un composant. une nouvelle surface à propriétés mieux adaptées pour répondre aux besoins fonctionnels. [4]

1.1.2 Types Des Traitements De Surfaces

Il existe de nombreuses façons de classer les traitements de surface, soit par procédés (dépôts électrolytiques ou chimique, dépôts physiques, traitement de diffusion, de conversion ou de transformation structurale, projection thermique, rechargement.), soit par fonction (anticorrosion, décoration, anti-usure, isolation thermique...), soit éventuellement par secteur d'application (transport, énergie, mécanique, bâtiment...) compte tenu de la diversité des techniques, tout système de classification est nécessairement réducteur et l'approche est complexe. [5]

La manière la plus traditionnelle de classer les traitements de surface est de se placer de côté du substrat métallique et différencier les mécanismes d'édification des couches selon le résultat métallurgique (la réaction avec le substrat). On distingue ainsi selon ces critères quatre filières : [5]

- Les traitements de surface par transformation structurale d'origine mécanique ou thermique, sans matériau d'apport : la structure métallurgique superficielle du substrat est modifiée.

- Les traitements par diffusion dans lesquels le matériau d'apport diffuse dans le substrat et réagit plus ou moins avec lui.
- Les traitements de conversion, dans lesquels le matériau d'apport réagit superficiellement avec le substrat.
- Les revêtements dans lesquels le matériau d'apport ne réagit pas avec le substrat et n'y diffuse pas ou très peu.

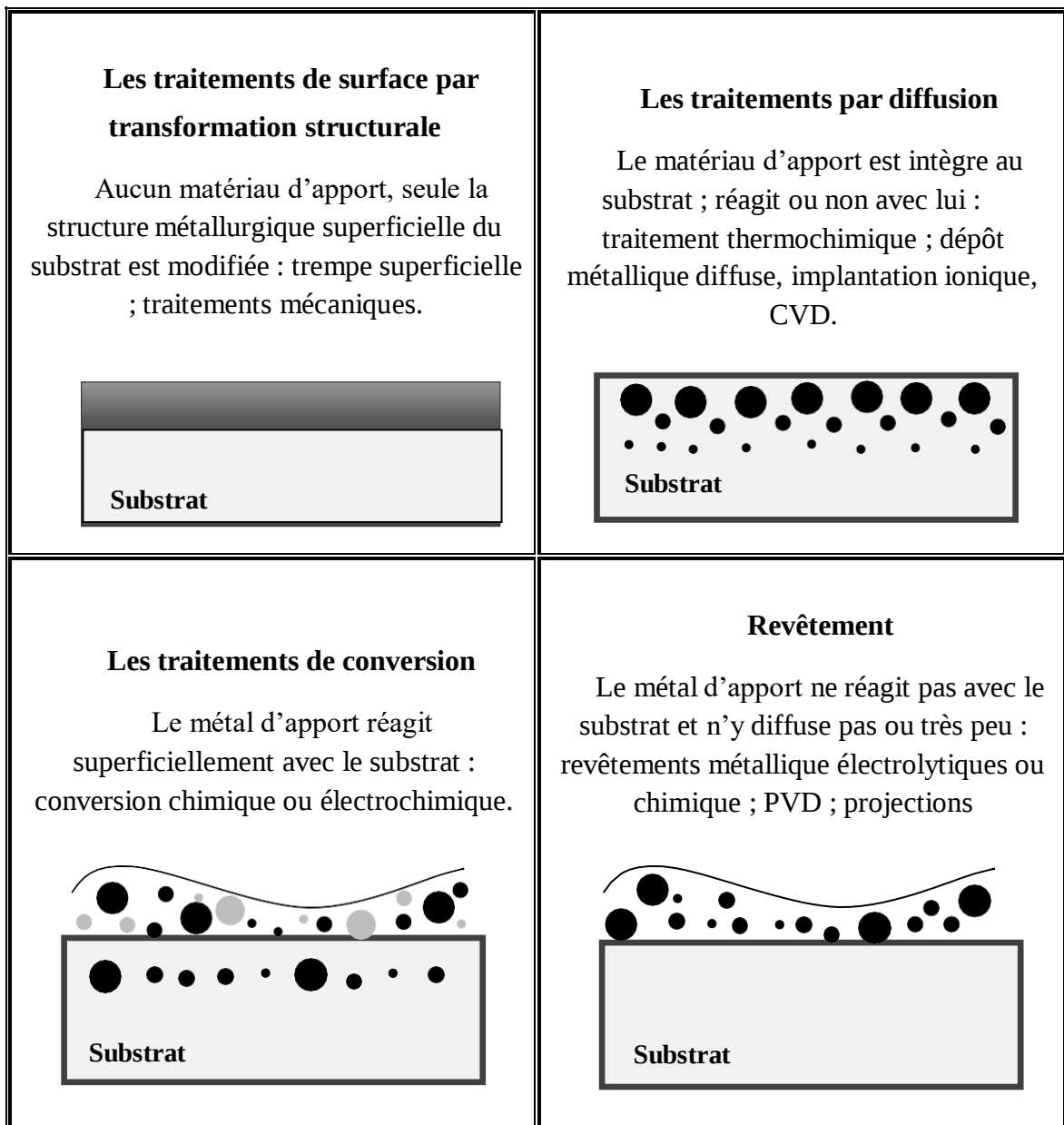


Figure I.1: Représentation schématique des familles des traitements de surface

Au sein de ces derniers ensembles, on trouve différentes familles de traitement de surface présentées dans le tableau suivant :

Revêtement métallique	Dépôt par voie humide	✓ Dépôt électrolytique ✓ Dépôt chimique ✓ Immersion en métal fondu
	Dépôt par voie sèche	✓ Projection thermique ✓ Phase vapeur ✓ Faisceau énergétique ✓ Rechargement métallique
Traitement de conversion	Electrolytique	✓ Anodisation ✓ Sulfuration
	Chimique	✓ Phosphatation ✓ Chromatation
Traitement thermochimique de diffusion	Diffusion d'éléments non métalliques.	✓ Cémentation ✓ Nitration ✓ Carbonitruration
	Diffusion d'éléments métalliques	✓ Chromisation ✓ Aluminisation
Traitement par transformation structurale	Voie thermique	✓ Fusion et trempe superficielle
	Voie mécanique	✓ Grenaillage, galetage

Tableau I.1 : Classification des procédés des traitements de surface [3]

I.1.3 Traitement Thermochimique Par Diffusion

Un Traitement thermochimique est un traitement thermique combine avec une réaction Chimique, effectue dans un milieu convenablement choisi pour obtenir une modification de la composition chimique de surface du métal de base par échange avec ce milieu. Le mécanisme essentiel est la diffusion d'une ou plusieurs espèces chimiques légères (azote, carbone, bore, ...) dans un métal ou un alliage métallique à des températures comprises entre 300 et 1000 C° pour des temps compris de quelques minutes et une centaine d'heures. [6]

Dans certains cas, le processus est suivi d'une trempe et d'un revenu alors qu'il exige seulement un refroidissement à l'air dans d'autres cas. Ces traitements de surfaces ont une grande importance industrielle parce que les propriétés mécaniques et chimiques des couches extérieures des pièces traitées peuvent être améliorées. [7]

Dans tous les cas, les mécanismes mis en jeu se décomposent en quatre étapes simultanées : [8]

1. Transport de la molécule AX vers l'interface interne de la pièce.
2. Dissociation la molécule AX et libération de l'élément A qui s'absorbe sur L'interface externe.
3. Diffusion des atomes A dans le substrat (seuls les éléments sous forme atomique peuvent diffuser, d'où la nécessité d'une dissociation préalable)
4. Eventuellement, diffusion vers l'extérieur d'un élément B du substrat pour Former une couche de conversion avec l'élément A adsorbé.

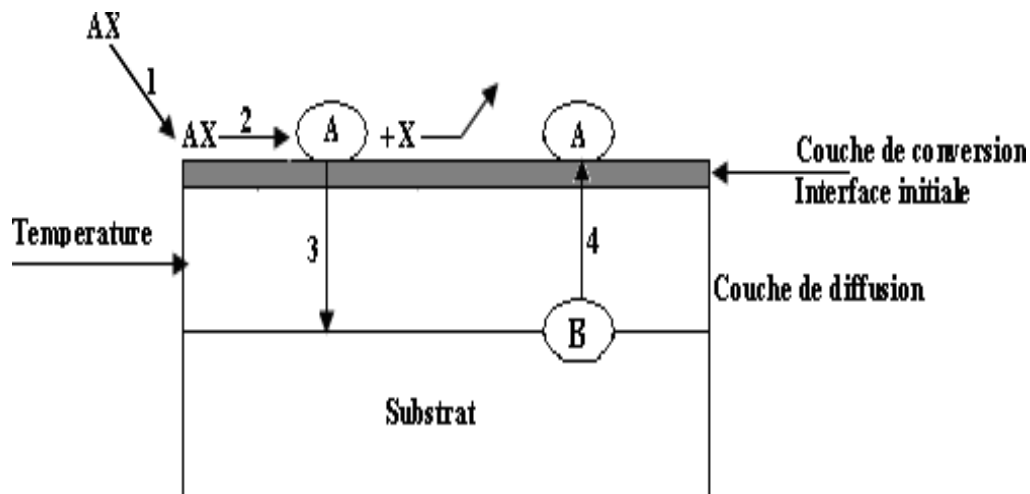


Figure I.2 : Etapes principales d'un traitement thermochimique de diffusion. [8]

1.1.3.1 Traitements Par Diffusion Des Métalloïdes

Les traitements de diffusion de métaux (chromisation, shérardisation...) ou de non métaux (cémentation, carbonituration, nitruration, nitrocarburation, sulfonitrocarburation...) permettent de modifier la composition chimique superficielle d'un matériau dans le but d'obtenir des propriétés nouvelles. Les traitements par diffusion ont pour objet principal le durcissement des pièces en acier. [5]

On regroupe dans ce domaine tous les procédés de traitement thermochimique tels que cémentation, boruration, nitruration, oxydation, et les procédés mixtes tels que carbonituration

et oxynituration. Ces derniers sont actuellement en plein essor notamment dans la mécanique et l'industrie automobile. [5]

La cimentation est l'un des traitements les plus utilisés. Le traitement de cémentation consiste à introduire du carbone à la surface de l'acier, par diffusion en phase austénitique (900 - 980 °C), afin d'augmenter la dureté superficielle des pièces. En général, il s'accompagne d'une trempe.

Le but de ce double traitement, diffusion et durcissement par trempe, est d'obtenir à la surface de l'acier une couche de 0,3 à 2mm d'épaisseur à haute teneur en carbone (généralement comprise entre 0,60 et 0,90 %), ayant une structure essentiellement martensitique de grande dureté (pouvant atteindre 700 à 900 HV en surface), présentant des contraintes résiduelles de compression élevées, capable de résister à des sollicitations mécaniques sévères, et reposant sur un cœur ayant une dureté nettement moins élevée (inférieure ou égale à 400 HV environ) et présentant de bonnes caractéristiques de ténacité. [8]

1.1.3.2 Traitements Par Diffusion Des Métaux

On regroupe dans ce domaine les traitements de diffusion des métaux comme le chrome ou l'aluminium, pour améliorer la résistance à la corrosion et l'oxydation des aciers et alliages base nickel (cas de l'aluminisation) ou la résistance à l'action conjointe de la corrosion et de l'usure (cas de la chromisation). Il existe aussi des traitements mixtes de chromaluminisation pour améliorer encore plus la résistance à l'oxydation notamment des alliages base nickel. Ces traitements, déjà relativement anciens car utilisant des techniques d'apport métallique par emploi de ciments solides, sont d'une large diffusion dans l'industrie aéronautique et mécanique. [5]

Tableau I.2 : Éléments diffusants et traitements thermochimiques [9]

Éléments(s) diffusant(s)	Traitement
Carbone	Cémentation (carburation) + durcissement par trempe
Azote	Nitruration ferritique
Carbone + azote	Carbonituration + durcissement par trempe
Azote + carbone	Nitrocarburation ferritique
Azote + carbone	Nitrocarburation austénitique
Soufre + azote + carbone	Sulfonitrocarburation
Azote + carbone + oxygène	Oxynitrocarburation
Bore	Boruration
Chrome	Chromisation
Aluminium	Aluminisation

I.1.4 Traitement De Conversion

Il s'agit d'une filière de traitements pour laquelle le métal d'apport réagit superficiellement avec le substrat pour conduire à une modification structurale. Ces traitements sont le résultat, soit d'une attaque chimique, soit d'une oxydation par voie électrolytique ou par voie sèche, soit d'une fonctionnalisation par voie électrochimique ou par plasmas froids. [5]

Dans ce type de traitement, deux grandes familles peuvent être distinguées : [5]

- 1) Les conversions électrochimiques : il s'agit dans ce type différentes techniques, comme :
 - L'oxydation anodique ; qui consiste à réaliser sur la surface d'alliages d'aluminium, de titane, de magnésium et d'acier inoxydables une couche d'oxyde.
 - La sulfuration en bains fondus ; permet sur matériaux ferreux la formation d'une couche adhérente de sulfures de fer de quelques μm d'épaisseur pour améliorer la résistance au frottement et à l'usure.
 - Le greffage électrochimique ; dans des solutions rendues conductrices par ajout de différents types d'acides permet de fixer sur la surface métallique des liaisons polaires azotées ou oxygénées, ce qui contribue à modifier la réactivité de cette surface et à améliorer par exemple l'adhésion de peintures ou à faciliter la bio- intégration.
- 2) Les conversions chimiques : cette filière de traitements est d'une large diffusion car constituée de procédés peu coûteux et faciles à mettre en œuvre. On peut citer comme principaux traitements la phosphatation et la chromatisation sur aciers et alliages d'aluminium, l'oxalatation sur aciers inoxydables, le brunissage sur aciers et le mordantage sur alliages de magnésium.

I.2 Les Procédés D'élaborations D'un Revêtement Surfactive

I.2.1 Notion D'un Revêtement Surfactive

Terme général désignant toute couche métallique, organique ou minérale déposée sur une surface par un procédé de recouvrement, tel que la surface du matériau d'apport soit assez homogène et les modifications du matériau de base à l'interface négligeable pour que la qualité de la couche soit définie par son épaisseur (Figure I.3). [10]

Cette couche mince appelée revêtement, peut être utilisée afin d'augmenter la dureté, d'assurer la protection contre la corrosion ou d'améliorer les propriétés physiques particulières ou, en fin dans un cadre décoratif.

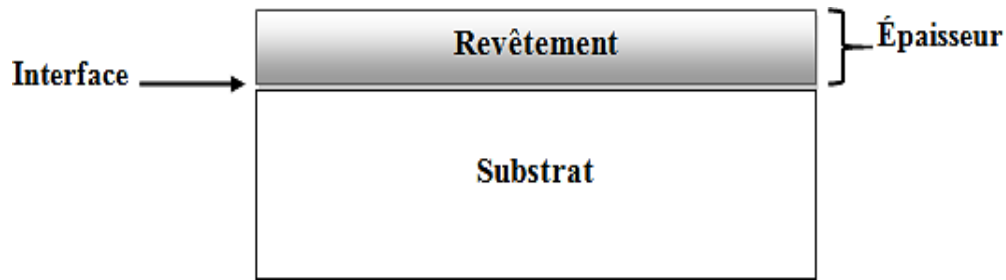


Figure I.3: Représentation schématique d'un revêtement.

Actuellement L'industrie présente de différents procédés et techniques de dépôt de revêtement, parmi lesquels on peut citer :

- Dépôts électrolytiques.
- Dépôts par immersion dans les métaux fondus.
- Dépôts physiques en phase vapeur (PVD).
- Dépôts chimiques en phase vapeur (CVD).

1.2.2 Dépôts physiques en phase vapeur (PVD)

La technique PVD (Physical Vapor Deposition ou dépôt physique en phase vapeur) est en plein essor, surtout pour des raisons environnementales. Elle s'effectue sous vide poussé 10^{-6} Pa et à des températures comprises entre 150 et 500 °C. Le matériau à déposer (des métaux comme le titane, le chrome ou l'aluminium), sous forme solide et d'une grande pureté, est évaporé par chauffage (effet Joule) ou par bombardement ionique, électronique ou photonique. Simultanément, un gaz réactif (par exemple de l'azote ou un gaz contenant du carbone) est introduit dans l'enceinte ; il forme un composé avec la vapeur de métal et vient se déposer sur les outils ou composants, sous la forme d'une couche mince très adhérente. Pour obtenir une épaisseur de dépôt homogène, on fait tourner les pièces à vitesse constante sur plusieurs axes. [11]

Le dépôt physique en phase vapeur «PVD» est un procédé de recouvrement de surface par des atomes ou molécules d'un matériau à déposer, qui viennent adhérer sur le substrat à recouvrir en passant par un milieu passif (vide ou atmosphère inerte) ou actif (plasma, gaz réactif). Différents mécanismes physiques permettent de générer les espèces constituant le dépôt. La figure I.4 illustre le principe générale de ce procédé. [11]

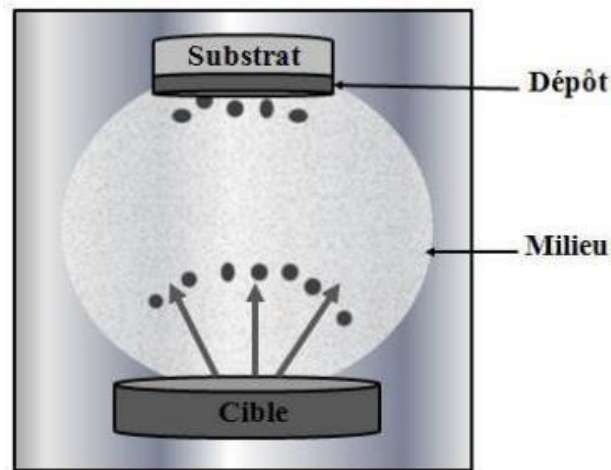


Figure I.4 : Principe général de procédé PVD [11]

1.2.3 Dépôts chimiques en phase vapeur (CVD)

La déposition par les techniques de dépôt chimique en phase vapeur est réalisée grâce à une réaction chimique initiée par des précurseurs gazeux. La réaction est activée par la température du substrat qui fournit l'énergie d'activation nécessaire pour déclencher la réaction chimique. Les principaux paramètres à contrôler lors des dépôts CVD sont : la nature et la température du substrat, la composition chimique des produits de départ, le ou les flux de gaz, la pression totale et la géométrie de la chambre de réaction. Parmi les méthodes de synthèse on peut citer le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD). [12]

1.3 La Méthode De Revêtement (TRD)

1.3.1 Définition

Le procédé de diffusion thermo-réactive (The thermo-reactive diffusion T.R.D) ou la diffusion thermique (the thermal diffusion T.D) est un traitement de revêtement thermochimique qui produit des couches compactes de carbures, de nitrures et de carbonitrures, sur certains matériaux contenant du carbone/azote comme les alliages à base de fer, de nickel et de cobalt, et principalement sur des substrats en acier. [13]

La TRD a été rapportée pour la première fois en 1970 par Arai (entreprise japonaise) au laboratoire central de recherche et de développement de Toyota et a été appelé le processus de diffusion Toyota, qui a été réalisé dans un bain de sel de borax fondu à une température d'environ 1000 ° C, et le processus a réussi à améliorer considérablement la durée de vie des aciers à outils. [14-15-16]

I.3.2 Principe Générale

Dans le procédé TRD, une pièce contenant du carbone ou de l'azote est apportée en contact avec un milieu contenant des éléments formant du carbure (CFE) et/ou des éléments formant du nitrure (NFE), à température élevée (800-1200 °C). Les atomes des éléments formant du carbure (CFE) ou des éléments formant du nitrure (NFE) diffusent de la chambre de réaction (milieu) vers la surface du substrat par un procédé thermochimique, intérieurement et inversement, les atomes de carbone/azote diffusent du substrat à la surface. [17-18]

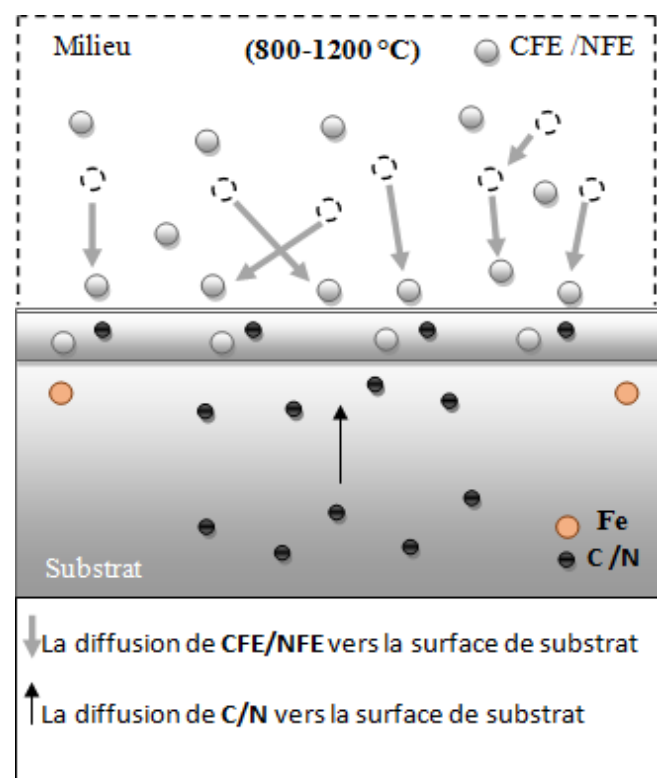
Les CFE/NFE et le carbone/azote réagissent les uns avec les autres sur la surface du substrat est forme une liaison chimique pour former des grains de carbure ou de nitrure sur les surfaces de contact en raison d'une grande affinité, et de cette façon, une couche de carbure ou de nitrures est forme sur la surface de substrat. [17]

Parmi les éléments formant des carbures (CFE) pouvons citer : le titane (Ti), le zirconium, hafnium(Hf), le vanadium (V), le niobium (Nb), le tantale (Ta), le chrome (Cr), le tungstène (W), le molybdène (Mo) et le manganèse (Mn). Tous ces éléments sont également éléments formateurs de nitrures (NFE). [2]

La plupart des matériaux contenant du carbone comme les aciers, les fontes, les alliages de cobalt, les carbures cémentés, les cermets en métal carburé, les céramiques en carbure et le carbone peuvent être utilisés comme substrats pour le revêtement en carbure. [18]

La figure I.5 montre le Principe et les différents mécanismes de diffusion des atomes qui peuvent se produire par procédé TRD.

Figure I.5: Principe générale de procédé TRD



I.3.3 Mécanisme De Revêtement

Les revêtements TRD ne sont formés que par la réaction entre les CFE/NFE actives qui existent dans les réactifs de revêtement et le carbone/azote dans les substrats des pièces à revêtir. Les CFE/NFE actives qui peuvent fonctionner pour la formation de revêtements sont générées à partir des réactifs CFE/NFE qui ajoutés et mélangés à d'autres réactifs. La réaction entre les CFE/NFE actives et (C/N) peuvent assurer ce qu'on appelle la liaison métallurgique. [2]

Des fines particules de carbure ou de nitrure se forment à la surface de la pièce en raison de la liaison chimique (métallurgique), les noyaux de carbure ou de nitrure évoluent en un revêtement épais en raison de la réaction continue entre le CFE/NFE du milieu de revêtement et les atomes de C/N et cette réaction alimentée par la diffusion thermique du C/N de l'intérieur vers la surface du substrat, causée par le gradient de concentration. Il faut préciser que le procédé TRD produit des revêtements sur la surface des pièces par l'utilisation exclusive de carbone/azote déjà présent dans le substrat ; le principal élément du substrat n'est pas impliqué dans la formation du revêtement. La raison en est que la diffusion vers l'extérieur du carbone/azote par un mécanisme de diffusion interstitiel est beaucoup plus rapide que la diffusion vers l'intérieur de CFE/NFE par un mécanisme de substitution. [6]

Dans la plupart des traitements de surface basés sur la diffusion, la quantité d'éléments diffusants actifs dans le milieu de revêtement contrôle l'épaisseur de la couche de diffusion. Cependant, dans le revêtement TRD, la quantité et la vitesse de diffusion des atomes de C/N fournie à l'intérieur des substrats est le seul facteur qui détermine l'épaisseur maximale qui peut être formée dans le système de revêtement. [6]

I.3.4 Les Types Des Revêtements Formes

I.3.4.1 Les Revêtements En Carbures

Les revêtements sont formés en trois étapes : (1) Nucléation primaire et croissance des grains inférieurs à 0,1µm (2) génération de particules de carbure à grain très fin sur les carbures formés à l'étape (1), produisant ainsi une surface très lisse (3) croissances de couches épaisses de carbure qui ont soit des grains colonnaires avec une forte préférence orientation ou grains qui axes avec orientation aléatoire. [6]

Les principaux atomes de carbone qui peuvent se déplacer librement dans les substrats sont ceux qui se trouvent dans la phase de matrice (cristal d'austénite dans les aciers ou phases liantes métalliques dans les cermets, y compris les carbures cémentés). Les atomes de carbone élaborant les particules de carbure dans les substrats, remarquablement dans les aciers à outils fortement alliés et les cermets de carbure, peuvent également contribuer à la fabrication de revêtements de

carbure, en fonction des changements relatifs d'énergie libre pour la formation de carbure dans les éléments de carbure du revêtement et les éléments de carbure du substrat. [19]

Ce n'est que lorsque les éléments de formation de carbure dans les particules de carbure des substrats présentent des changements d'énergie libre pour la formation de carbure plus importants que ceux des revêtements de carbure qu'un revêtement de carbure peut être déposé sur les particules de carbure des substrats. Dans les aciers à outils, les revêtements de carbure de chrome peuvent se déposer sur les particules de carbure de tungstène ou de molybdène (généralement représentés par M_6C , M = fer et autres éléments) mais pas sur les particules de carbure de vanadium (MC). [19]

Par conséquent, les carbures avec des changements d'énergie plus faibles pour la formation de carbure ne peuvent pas contribuer directement à la formation de carbure. Cependant, ces particules de carbure dans les aciers et les carbures cimentés travaillent pour le revêtement de carbure par l'apport d'atomes de carbone dans la matrice par leur dissolution dans les phases de la matrice. Aux températures de revêtement. Les températures de revêtement plus élevées entraînent une plus grande dissolution des particules de carbure et une plus grande quantité d'apport de carbone dans les phases de matrice. [19]

Carbure/nitride éléments de formation	Bain de borax	Bain de chlorure	Lit fluidisé et conditionnement des poudres
Ti	TiC	TiC	TiC
Zr	Fe-B	±	ZrC
Hf	Fe-B	±	N/A
V	VC	V_2C , VC	V_2C , VC
Nb	NbC	NbC	NbC
Ta	TaC	TaC	N/A
Cr	$Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3	$Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3	$Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3
Mo	±	MoC	$(Fe, Mo)_6C$, $(Fe, Mo)_3C$
W	$(Fe, W)_6C$	W_2C , WC	$(Fe, W)_6C$, $(Fe, W)_3C$
Mn	M_7C_3	±	Mn_5C_2

Tableau I.3 : Revêtements de carbure qui peuvent être formés sur le fer et l'acier par revêtement TRD [6]

- : Aucune couche formée

N/A : Non disponible

I.3.4.2 Les Revêtements En Nitrures

Le mécanisme de formation du revêtement de nitrure est similaire à celui du carbure. Cependant, il existe de grandes différences en termes d'applications industrielles. Cela est dû au fait que presque aucun matériau de substrat pratique comprenant de l'azote, à l'exception des céramiques nitrurées comme le silicium. [19]

Il n'existe pas de métaux industriels contenant une quantité suffisante d'azote. Cependant, la nitruration sur les aciers à des températures de 450 à 600°C est un moyen efficace pour fournir suffisamment d'azote sur les substrats en acier. Et, contrairement aux revêtements de carbure, les revêtements de nitrure sur les aciers nitrurés peuvent être réalisés à des températures de revêtement similaires à celles de la nitruration. Températures de revêtement similaires à celles de la nitruration, en conservant la dureté originale du substrat obtenue par la trempe et la nitruration ultérieure. [19]

Ce fait confère une valeur industrielle au procédé TRD en éliminant le problème de distorsion inhérent au revêtement à haute température sur des substrats en acier. La combinaison chimique entre les éléments formateurs de nitrures dans le réactif de traitement et l'azote dans l'acier font des nitrures sur les substrats et provoque la croissance de couches plus épaisses jusqu'à ce que la quantité d'azote à la surface des substrats s'épuise par la formation de couches de nitrure et se déplace vers l'intérieur des substrats par diffusion thermique. Les revêtements 4-10 mm d'épaisseur ont été mis en pratique. [19]

Tableau I.4 : Revêtements de nitrure qui peuvent être formés sur le fer et l'acier par Revêtement TRD [6]

éléments de formation de Carbure/nitrure	Bain de borax	Bain de chlorure	Lit fluidisé et Poudres
Ti	Fe-B	TiN	TiN
Zr	Fe-B	Zr-N	ZrN
Hf	Fe-B	N/A	N/A
V	VN	VN, V ₂ N	VN
Nb	NbN, Nb ₄ N ₃	Nb ₂ N	NbN
Ta	Fe-B	TaN	N/A
Cr	Fe-B	CrN, Cr ₂ N	CrN, Cr ₂ N
Mo	-	Mo ₂ N	MoN, Mo ₂ N
W	Fe-B	W ₂ N	WN, W ₂ N
Mn	Fe-B	Mn ₄ N	N/A

1.3.4.3 Les Facteurs Contrôlant Le Taux De Croissance De Revêtement

La quantité de CFE/NFE active. l'épaisseur du revêtement atteint son niveau maximal avec l'ajoute d'une petite quantité de réactif CFE/NFE, ce qui signifie qu'un réactif CFE/NFE aussi petit que 5 à 10 % en poids a produit suffisamment de CFE/NFE actif pour se combiner avec tout le carbone/azote disponible sur les substrats, quels que soient le type de méthodes de revêtement et les espèces de carbure. La quantité de réactifs ajoutés qui produisent des revêtements de l'épaisseur saturée peut être appelée la quantité minimale requise de réactifs CFE/NFE (MRA-CFE/NFE reagents), et la quantité de CFE/NFE active nécessaire pour l'épaisseur saturée est la quantité minimale requise de CFE/NFE active (MRA-A CFE/NFE). [2]

Dans le cas où plus que la quantité de CFE/NFE MRA-A est présent, le seul facteur déterminant les taux de croissance des couches de carbure/nitrure est la quantité d'atomes de carbone/azote qui peut être obtenue à l'intérieur des substrats au fil du temps. En outre, dans le cas des aciers fortement alliés à haute teneur en carbone et des alliages de cobalt à haute teneur en carbone tels que le Stellite, les quantités de carbone disponibles ne sont pas déterminées par la teneur en carbone de l'ensemble du matériau du substrat, mais par la teneur en carbone dans la phase métallique: austénite, dans le cas des aciers, et les compositions chimiques, les quantités, les tailles et les distributions des grains de carbure alliés. Si les substrats sont constitués de cermets tels que des carbures cémentés, les teneurs en carbone dans les phases cobalt ainsi que les pourcentages de cobalt dans les alliages déterminent les teneurs en carbone disponibles. [2]

La quantité de CFE/NFE active. l'épaisseur du revêtement atteint son niveau maximal avec l'ajoute d'une petite quantité de réactif CFE/NFE, ce qui signifie qu'un réactif CFE/NFE aussi petit que 5 à 10 % en poids a produit suffisamment de CFE/NFE actif pour se combiner avec tout le carbone/azote disponible sur les substrats, quels que soient le type de méthodes de revêtement et les espèces de carbure. La quantité de réactifs ajoutés qui produisent des revêtements de l'épaisseur saturée peut être appelée la quantité minimale requise de réactifs CFE/NFE (MRA-CFE/NFE reagents), et la quantité de CFE/NFE active nécessaire pour l'épaisseur saturée est la quantité minimale requise de CFE/NFE active (MRA-A CFE/NFE). [2]

Températures et temps de revêtement TRD. L'augmentation de la vitesse de diffusion du carbone / azote dans les substrats par des températures plus élevées conduit à des revêtements plus épais, comme dans d'autres traitements de diffusion. Cependant, l'effet des températures de revêtement est plus remarquable dans le cas des métaux fortement alliés et à haute teneur en carbone, car les températures élevées accélèrent davantage la dissolution des grains de carbure en austénite, ce qui entraîne une teneur en carbone plus élevée dans les phases de matrice. [2]

Les compositions chimiques des matériaux de substrat, des phases matricielles, des grains de carbure ont un effet sur la dissolution, la composition et la taille des grains de carbure. En outre, la formation de couches de solution solide et de couches composées devrait avoir un certain degré d'effet sur les taux de diffusion du carbone dans les phases matricielles, bien qu'il se puisse qu'il ne soit pas aussi important en ce qui concerne les matériaux industriels. [2]

1.3.5 Processus De TRD

Le processus TRD peut être réalisé à l'état solide (méthode des poudres), à l'état liquide (bain de sel fondu) et à l'état gazeux (lit fluidisé) Selon les études réalisées, les meilleurs résultats sont obtenus avec la méthode du bain de sel fondu pour la diffusion du vanadium, du chrome et du niobium dans les substrats en acier au carbone. En raison de la grande affinité du chrome et du vanadium pour le carbone et l'azote, ainsi que les bonnes propriétés de leurs carbures et nitrures, ils sont les meilleures options comme éléments de formation de carbure/nitride sous forme de poudres d'oxyde ou de poudres de ferro-alliages. [17]

Les CFE/NFE actifs peuvent être produites soit dans des sels fondus, soit en produisant des gaz contenant des CFE/NFE qui sont produits par la réaction entre des halogénures solides et des particules solides contenant des CFE/NFE dans des chambres de réaction comme des boîtes de conditionnement de poudre (méthode des poudres) et des lits de fluidisation. [2]

Les méthodes suivantes ont été employées avec succès dans le passé et actuellement et seront mises en production dans un proche avenir :

- Immersion dans un bain de borax à haute température, en utilisant des CFE dans du borax : carbure de vanadium, carbure de niobium, carbure de chrome et leurs alliages comme (V, Nb) C, (V, Nb, Cr) C et ainsi de suite, ainsi que des revêtements multicouches de ces carbures.
- Immersion en lit fluidisé à haute température, utilisant des poudres de métaux contenant des CFE/NFE, poudres d'oxyde d'aluminium comme matériau du lit fluidisé fluidisation, et des particules de composés halogénés ou d'halogénures gazeux comme activateurs : Vanadium carbure de vanadium.
- Méthodes d'emballage de poudre à haute température, utilisant des poudres de métaux contenant du CFE/NFE, des poudres d'oxyde d'aluminium comme composés neutres, et des poudres de composés halogénés comme activateur : Carbure de vanadium et carbure de chrome.

- Immersion dans un bain de sel à basse température sur des aciers pré-nitrurés, en utilisant des poudres de métaux contenant des NFE dans un sel de chlorure : Nitrure de chrome sur les couches pré-nitrurées.
- Immersion en lit fluidisé à basse température sur des aciers pré-nitrurés, en utilisant des poudres de métaux contenant des NFE , des composés halogénés gazeux comme activateurs, et de la poudre d'oxyde d'aluminium comme matériaux de fluidisation : Nitrure de chrome sur les couches pré-nitrurées.

Le revêtement de carbure à haute température par bain de borax a maintenant trouvé une acceptation substantielle dans divers domaines dans le monde entier. Le revêtement de carbure à haute température par bain fluidisé a également été accepté comme alternative au procédé par bain de sel, qui pose des problèmes de nettoyage des résidus de sel et d'élimination des masses de sel qui peuvent devenir difficiles à enlever des petits trous longs dans les pièces. Le revêtement nitrure basse température en bain de sel de chlorure pénètre progressivement dans applications dans les industries du moulage, du forgeage à chaud et de l'emboutissage des métaux. Le revêtement de nitrure à basse température en lit fluidisé commence maintenant à être utilisé dans un plus grand nombre d'applications dans les mêmes domaines, comme les filières d'extrusion. Différents types d'aciers sont utilisés comme substrats de pièces à usiner. Cependant, les carbures cémentés, Stellite, et les fontes sont également utilisés pour des applications spéciales. [2]

Les tableaux I.5 regroupent les avantages et les inconvénients des différents procédés de revêtement TRD.

<i>Procédé de revêtement</i>	<i>Avantage</i>	<i>Inconvénient</i>
*Bain de sel à haute température <i>Processus</i>	*Équipement moins coûteux *Qualité stable du revêtement *Durcissement par trempe par différentes méthodes *Large applicabilité en ce qui concerne le substrat matériaux, la forme et la taille	*Entretien du bain nécessaire *Les réactifs salés doivent être éliminés par lavage *Problème de distorsion *Non-uniformité de la température *Environnement de travail élevé
*Procédé à lit fluidisé à haute température	*Pas besoin de laver les réactifs *Qualité stable du revêtement *Meilleur pouvoir de projection *Température d'enrobage uniforme *Contrôle dimensionnel étroit	*Equipement le plus coûteux *Une bonne conception de l'équipement est nécessaire pour le substrat. durcissement de l'acier
*Procédé de poudre à haute température	*Faible déformation de la forme * Un équipement moins coûteux	*Revêtement instable * Possibilité de collage de poudre de réactif *Grande déformation *Grande non-uniformité de la température *Post-durcissement nécessaire pour obtenir une grande dureté élevée
* Processus en Bain de sel à basse température	*Équipement le moins coûteux *Pas de distorsion	*Pré-nitruration requise *Entretien du bain nécessaire *Les sels réactifs doivent être éliminés par lavage (plus facile que les sels à haute température)
*Procédé à lit fluidisé à basse température	*Pas besoin de laver les réactifs *Température de revêtement uniforme *Pas de distorsion	*Pré-nitruration nécessaire *Qualité du revêtement instable *Equipement coûteux
*Procédé de conditionnement en poudre à basse Température	*Équipement moins coûteux *Pas de distorsion	*Pré-nitruration nécessaire *Grande déviation de température

Tableaux I.5 : les avantages et les inconvénients des différents procédés de revêtement TRD [2]

I.3.6 Méthode D'immersion En Bain De Sel Fondu

Le borax anhydre ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) qui perd sa liaison de l'eau à la température de traitement (850-1250°) doit être utilisée pour le réactif de bain principal. En comparaison Avec les sels de chlorure pour le durcissement de l'acier, le borax présente les inconvénients d'une viscosité plus élevée et d'une élimination difficile lors du lavage à l'eau. Cependant, il est assez difficile de trouver d'autres réactifs qui peuvent être évalués à égalité avec le borax dans la stabilité de la formation du revêtement. [2]

Des poudres de ferroalliages ou de métaux purs, tels que le ferro-vanadium, le ferro-niobium, le ferrochrome et le chrome, sont ajoutées en tant que réactifs CFE/NFE dans le borax dans un rapport de 10 à 20 % en poids au début du développement du procédé , Il a été confirmé que l'oxygène dans l'atmosphère de l'air a un effet nocif sur la durée de vie des bains, comme dans la plupart des autres traitements métalliques. Le borax se dissocie thermiquement en oxyde de sodium (Na_2O_3) et en oxyde de bore (B_2O_3) à l'état fondu et que (B_2O_3) joue un rôle très important dans la réalisation de la formation stable de revêtements de haute qualité. [2-20]

La co-addition d'oxydes et des réactifs réducteurs a apporté certains avantages, tels qu'une viscosité modérée, une plus grande facilité de lavage du sel attaché et une diminution des boues au fond du bain. [2]

Le tableau I.6 montré Les poudres qui peuvent être utilisées dans le bain de sel fondu pour la formation des carbures de chrome.

Le procédé TRD revêtement de carbure	bain de sel fondu (borax)				
	Source de chrome	Facteur de fluidisation	Agent réducteur	T (C°)	t(h)
Revêtement de carbures de chrome (Cr_3C_2 , Cr_7C_3 , Cr_{23}C_6)	- La poudre de chrome métallique (Cr) - Le ferrochrome (Fe-Cr) - L'oxyde de chrome (Cr_2O_3)	Fluorure de sodium (NaF)	- La poudre d'aluminium (Al) - Le carbure de bore (B₄C)	850-1250°	0,5 à 10 h

Tableau I.6 : Les poudres qui peuvent être utilisées dans le bain de sel fondu pour la formation des carbures de chrome.

En immergeant des pièces dans des bains de sel de borax dans l'atmosphère ambiante, Le temps d'immersion varie de 0,5 à 10 h pour obtenir une épaisseur optimale de couche de carbure de 5 à 20 μm pour la plupart des applications. [20-21]

TRD dans un bain de borax a été utilisé efficacement pour obtenir des couches dures de carbure à haute résistance à l'usure sur des substrats ayant une teneur en carbone supérieure à 0,3 % en poids Ces couches de carbure dur présentent une excellente adhérence au substrat, un faible coefficient de frottement et une bonne résistance à la corrosion. [20]

Les caractéristiques du procédé comprennent la facilité de durcissement simultané du substrat en acier et la formation d'une couche dense de carbure de vanadium, de carbure de niobium, de carbure de chrome ou de carbures alliés. [6]

Les principaux facteurs qui influent sur le taux de croissance des revêtements dans un bain de sel fondu sont :

- Le temps de traitement.
- La température du bain en fusion.
- Le potentiel chimique (μ_i) de l'élément interstitiel de carbone.
- La composition chimique du substrat.

Entre-temps la quantité d'éléments constitutifs de la couche de revêtement, comme le vanadium, le chrome ou le niobium, peut également influencer sur l'épaisseur des revêtements. Considérant le fait que la diffusion des atomes de carbone dans La matrice austénitique est beaucoup plus rapide et facile que la diffusion de cet élément dans la couche de revêtement en carbure, dans la plupart des cas le processus TRD a lieu dans la gamme de température austénitique des aciers. Dans le processus de bain de sel fondu TRD, les constituants sont une combinaison de sel, un carbure formant agent (source), un agent réducteur et un agent fluidisant. [17]

1.3.6 Procédures pratiques de revêtement

1.3.6.1 Revêtement du carbure

1.3.6.1.1 Type de réactifs de revêtement

Les éléments de revêtement en carbure peuvent être fournis aux surfaces du substrat sous la forme de différents réactifs : (a) sel fondu, (b) gaz, et (c) particules solides. Pour (b), les gaz halogénés des éléments formateurs de carbure et pour (c), les gaz halogénés générés à des températures élevées par des réactions entre les éléments formateurs de carbure dans les poudres et les halogénures dans les composés activateurs. Dans (c), on peut appliquer à la fois la méthode

de conditionnement des poudres et la méthode du four fluidisé ; cette dernière est utilisée pour la production en série de poinçons de perçage. Dans (a), le sel fondu tel que les chlorures ou le borax ajoutés à la poudre des éléments formant le carbure peuvent produire les revêtements. Dans tous les cas, les réactifs sans composés carbonés sont utilisables. Les fours utilisés pour les traitements thermiques ordinaires des métaux, à savoir les fours à bain de sel, les fours à atmosphère gazeuse, les fours à lit fluidisé et les fours de chauffage des boîtes d'emballage de poudre, peuvent être utilisés. [19]

I.3.6.1.2 Des Types de substrats

Le fer et les aciers comprenant plus de 0,2 % de carbone et pouvant être durcis par trempe et carbures cémentés sont principalement utilisés. Le revêtement de carbure peut également être formé sur du carbure de silicium et du graphite. [19]

I.3.6.1.3 Durcissement du substrat

Les températures de revêtement du carbure sont généralement choisies pour être supérieures aux températures d'austénitisation des aciers (1083-1373 K) afin de durcir les substrats par trempe. Une dureté plus élevée du substrat est recommandée pour éviter d'endommager les revêtements pendant l'entretien, qui peuvent être induits par une déformation plastique des substrats sous une charge mécanique élevée. Le durcissement par trempe des substrats en acier est appliqué pendant le refroidissement à partir des températures de revêtement. Elle peut également être effectuée lors de l'opération de post-durcissement. Des opérations de revêtement répétées opérations de revêtement répétées peuvent également être employées. La cémentation préliminaire pour les substrats en acier est parfois appliquée pour augmenter taux de croissance des revêtements et l'augmentation de la teneur en carbone dans de carbone dans les substrats sous les revêtements, ce qui permet d'augmenter la dureté des substrats et leur capacité de charge. dureté des substrats et une plus grande capacité de charge. La trempe à l'huile, la trempe en bain de sel et le refroidissement à l'air sont recommandés pour la trempe. La trempe à l'huile, la trempe en bain de sel et le refroidissement à l'air sont recommandés pour la trempe. [19]

I.3.6.2 Revêtement de nitrure

I.3.6.2.1 Type de réactifs de revêtement

Sel fondu, (b) gaz, et (c) particules solides sont disponibles. [19]

I.3.6.2.2 Des Types de substrats

Les céramiques de nitrure telles que le nitrure de silicium peuvent être utilisées comme substrats pour le revêtement de nitrure à haute température. Le fer et les aciers sont utilisés pour le revêtement de nitrure à basse température. [19]

I.3.6.2.3 Durcissement des substrats

Une trempe préliminaire des substrats en acier est recommandée pour assurer une grande capacité de charge. [19]

I.3.7 Applications de TRD

Le procédé TRD est utilisé dans des applications pratiques depuis le début des années 1970 au Japon, juste après le développement du procédé de bain de borax fondu, qui a permis d'utiliser des équipements simples et moins coûteux pour obtenir les excellentes propriétés des pièces revêtues. Ils ont maintenant trouvé une acceptation substantielle dans divers domaines industriels dans le monde entier. Les principales applications peuvent être énumérées comme suit : [19]

- Outillage de production, tel que les matrices et les moules, et divers types de pièces d'usure utilisées dans le traitement des matériaux par exemple, le forgeage de métaux, l'emboutissage de tôles, compactage des poudres, le moulage (moulage des plastiques, moulage du caoutchouc, moulage du verre).
- Outils et lames de couteau pour couper et cisailer.
- Divers types de composants de machines de traitement des matériaux - emboutissage de tôle, forgeage, moulage, compactage de poudre, moulage de plastique, moulage de caoutchouc, moulage de verre, découpe et cisaillement, soudage, assemblage, peinture, filage et tissage, impression, transformation des aliments.
- Composants de diverses machines et équipements automobiles, machines Pneumatiques, convoyeurs à bande.

Les aciers à outils sont utilisés pour l'outillage et les pièces d'usure des équipements de production. Les carbures cémentés sont utilisés pour le forgeage à froid. Pour les pièces d'équipement de consommation, les aciers de construction, y compris les aciers à roulement, sont généralement utilisés. La demande de fonte est faible. [19]

Parmi les différentes méthodes de traitement de surface dans la catégorie des traitements thermiques, seuls les revêtements TRD forment des couches compactes de carbure et de nitrure. En outre, la plus grande force d'adhérence due à la liaison métallurgique et l'épaisseur plus élevée du revêtement ont renforcé la polyvalence des revêtements TRD. Ils peuvent être utilisés dans des situations où l'usure abrasive et le grippage sévère par des charges mécaniques élevées pourraient autrement causer des dommages, par exemple, dans les tôles d'acier par des charges mécaniques élevées pourraient autrement causer des dommages, par exemple, dans l'emboutissage de tôles d'aciers à haute résistance à la traction. [19]

***Chapitre II :
Matériaux et procédures
expérimentales***

II.0 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les différentes étapes expérimentales que nous avons effectuées dans notre étude. Premièrement, nous présenterons le matériau étudié ainsi que les différentes étapes du procédé de TRD à bain de sel fondu. Deuxièmement, nous allons présenter les différentes techniques de caractérisation qui ont été faites sur nos échantillons (l'observation microscopique (MO, MEB), Essai de micro-dureté).

II.1 Matériau Utilisé

Toutes les expériences dans ce travail ont été réalisées sur des substrats d'acier XC38 sous forme des cubes de 12 mm d'épaisseur et de composition chimique représentée dans le tableau II.1

Composition chimique (%)								
Carbone (C)	Manganèse (Mn)	Silicium (Si)	Phosphore (P)	Soufre (S)	Cuivre (Cu)	Chrome (Cr)	Nickel (Ni)	Fer (Fe)
0,39	0,68	0,34	0,026	0,025	0,18	0,19	0,26	Balance

Tableau II.1 : Compositions chimiques en % de l'acier au carbone XC38

D'après le tableau II.1, on constate que l'acier XC 38 contient des taux très faibles des éléments d'addition, avec un taux de carbone qui n'atteint pas 0.39% en masse.

II.1.1 Domaine d'application

L'acier choisi pour cette étude, est un acier à moyenne teneur en carbone apte aux traitements thermiques très souvent utilisé en mécanique générale pour des applications nécessitant une bonne usinabilité et ses caractéristiques mécaniques, aptitude au polissage et une usinabilité excellente, une grande résistance à l'usure, utilisé largement comme éléments : roues coniques, pignons, arbres vilebrequins, roues dentées, arbres de réducteurs, broches, pièces automobiles, engrenages, axes, et boulonnerie. Le tableau II.2 présente certaines caractéristiques mécaniques de l'acier XC38.

Caractéristiques mécaniques		
La Résistance à la rupture R_r (N/mm²)	La Résistance élastique R_e (N/mm²)	Allongement (A %)
500/550	245/300	18/19

Tableau II.2 : Caractéristiques mécaniques de l'acier XC38

II.2. Procédure Expérimentale

II.2.1. Les Préparations préliminaires avant le traitement TRD

II.2.1.1 La Préparation Des Poudres

Pour réaliser le traitement, nous préparant trois mélanges composés de borax déca-hydraté ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 - 10\text{H}_2\text{O}$) come sel et poudre de chrome (Cr), poudre de fer de chrome (Fe-Cr), poudre de fer de titane (Fe-Ti) come source contenant l'élément formateur de carbure.

La préparation des poudres a été réalisé à l'aide de Balance analytique OHAUS (PIONEER 210g) au niveau de laboratoire SDM de département génie mécanique. Le tableau II.3 montre les pourcentages et les masses des poudres utilisées.

Mélange I		Mélange II		Mélange III	
Borax	Poudre de (Cr)	Borax	Poudre de (Fe-Cr)	Borax	Poudre de (Fe-Ti)
P (%) = 75	P (%) = 25	P (%) = 75	P (%) = 25	P (%) = 75	P (%) = 25
M (g) = 105	M (g) = 35	M (g) = 105	M (g) = 35	M (g) = 75	M (g) = 25

Tableau II.3 : les pourcentages et la masse des poudres utilisée.



Figure II.1: Balance analytique OHAUS et les poudres utilisées pour traitement TRD a bain de sel fondu.

Après l'étape de préparation de trois mélanges (I, II, III), nous passons à l'étape importante dans la préparation avant traitement TRD qui consiste à nettoyer les substrats de tous les contaminants qui peuvent exister à leur surface comme les oxydes, cette étape appelé polissage mécanique qui consiste à rendre la surface des échantillons brillante et dénuée de toute rayure.

II.2.1.2 Polissage Mécanique

L'opération de polissage a été réalisée à l'aide d'une polisseuse de marque STRUERS ayant un disque tournant 100 à 500 tr/mn sur lequel est collé le papier abrasif comme le montre la figure II.2.

Cette étape consiste à rendre la surface des échantillons brillante et dénuée de toute rayure. Pour cela, la surface à polir est mise en contact avec du papier abrasif de granulométrie décroissante (200 à 2000). L'opération est effectuée sous courant d'eau pour évitant l'échauffement des échantillons.



Figure II.2 : Polisseuse électrique de marque STRUERS

II.2.1.3 La préparation des creusets

Pour effectuer un traitement TRD dans un bain de sel fondu, il est nécessaire d'utiliser un creuset pour réaliser le bain de borax fondu.

Alors que nous réalisons l'expérience avec trois mélanges qui nous obligent à utiliser deux creusets cylindriques (a, b) avec les dimensions indiquées dans la Figure II.3.

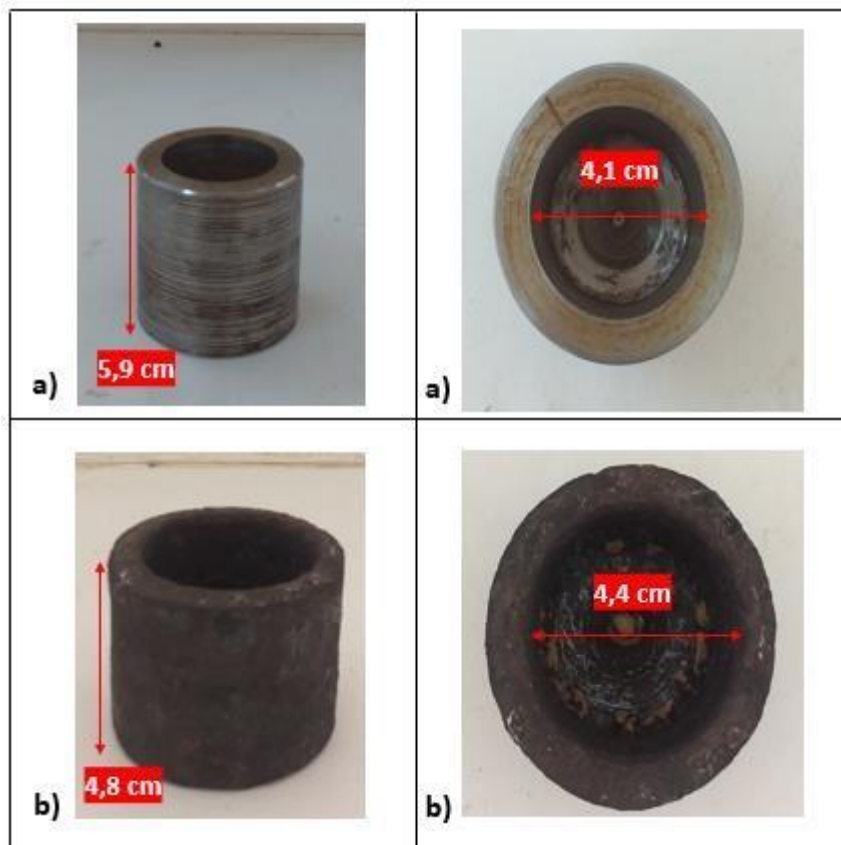


Figure II.3 : les deux creusets cylindriques et leurs dimensions

II.2.2 Traitements TRD a bain de sel fondu

Il faut tout d'abord amener la température de four à 950°C Ce qui représente la température de traitement. Le traitement est réalisé au niveau de laboratoire de SDM de département génie mécanique.

Le processus de TRD de l'acier XC38 s'est déroulé en **trois** étapes principales :

1- Première étape : La préparation de bain de sel fondu

Le bain de sel est préparés par fusion de borax dans un creuset en acier à 800°C pendant 20 min avec une vitesse de chauffage de $10^{\circ}\text{C}/\text{mn}$. Le bain sont composés de borax pur. L'opération est réalisée dans un four à moufle.

2- Deuxième étape : Ajouter les poudres et procède d'agitation

Après la préparation de bain, Nous ajouterons des poudres pré-préparées Cr ou Fe-Cr ou Fe-Ti dans le creuset qui contient le borax fondu, et pour réaliser l'homogénéité de mélange nous agitation le mélange pendant quelque seconde et nous remettre le creuset au four pendant 10

minutes pour assurer bien l'homogénéité de mélange. L'opération est réalisée dans un four à moufle.

3- Troisième étape : L'Immersion de l'échantillon et l'introduction dans four à 950°C

A l'issue de l'opération précédente à 800°C, en fait sortir le creuset du four à l'aide des pinces spéciales et sont déposés avec précaution sur une brique réfractaire. On Immersion l'acier XC38 qui est suspendu par câble qui résiste aux températures élevées dans le creuset et après l'opération de l'immersion on mettre le complexe (le creuset + l'échantillon) dans le four électrique à 950 °C pendant 4 heure.

Ces étapes sont répétées avec les trois échantillons, la Figure II.4 montre la représentation schématique des trois étapes principales suivies en courre traitement TRD à bain de sel fondu.

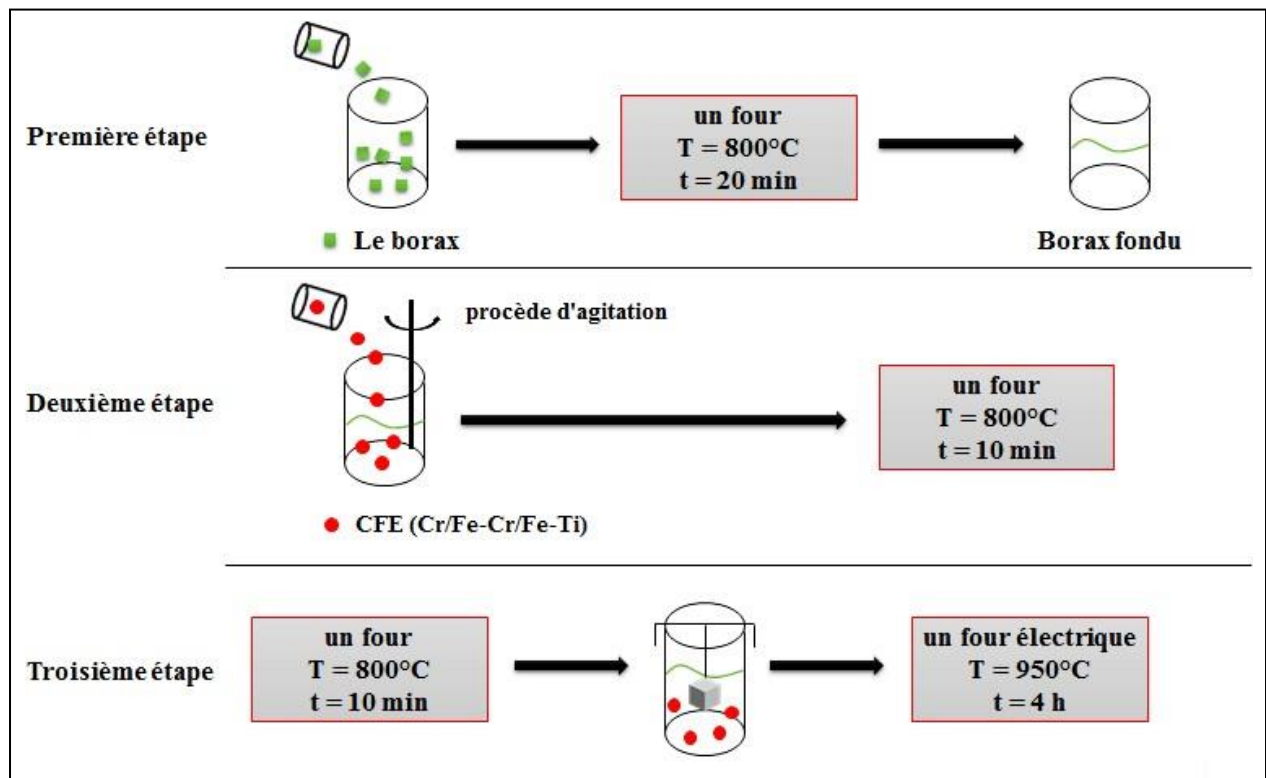


Figure II.4 : Représentation schématique de trois étapes principales

A la fin de traitement, les échantillons sont récupérés et refroidis dans l'eau de température (150 à 200°C) pour éviter l'apparition des fissures dans l'échantillon étudié (choc thermique), Après le premier refroidissement, l'échantillon est refroidi dans l'eau de température ambiante (25°C) pour assurer bien l'opération de refroidissement.



Figure II.5 : L'acier XC38 qui est suspendu par câble qui résiste aux températures élevées

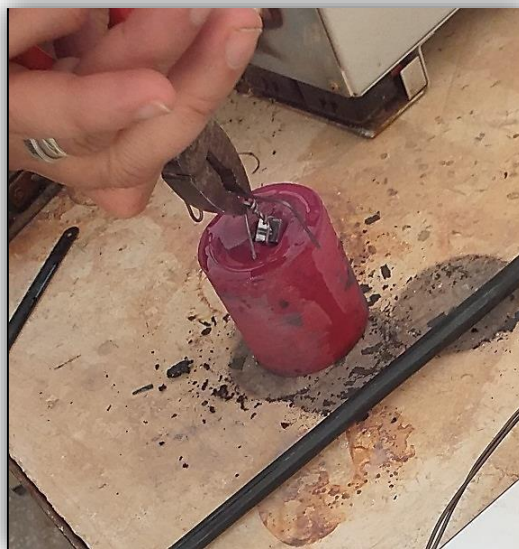


Figure II.6 : L'opération de l'introduction de substrat (XC38) dans le mélange

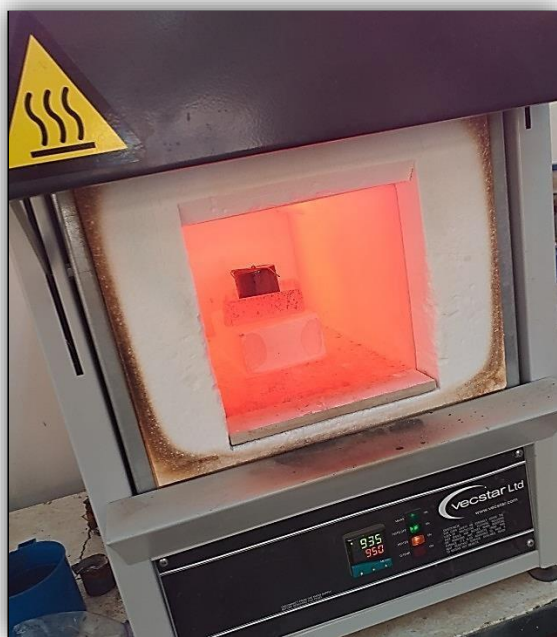


Figure II.7 : L'introduction de complexe (le creuset + substrat) dans le four à 950 °C



Figure II.8 : Le creuset après 4h de traitement

II.2.3 Les Préparations Des Echantillons Après Le Traitement TRD

II.2.3.1 Découpage

Après le nettoyage des surfaces des échantillons du mélange fondu qui été collé à sa surface, nous avons découpé les échantillons transversalement à l'aide de tronçonneuse à disque électrique qui disponible au niveau de laboratoire de département génie mécanique.

L'opération de découpage a été effectuée entre le disque qui tourne à haute vitesse et l'échantillon qui est bien installé sur la tronçonneuse, et être accompagné de refroidissement à l'eau pour éviter l'endommagement des échantillons, puis les échantillons sont séchés pour réduire l'oxydation.

II.2.3.2 Enrobage

Le but de l'enrobage est de protéger la couche formée en surface des échantillons et de faciliter la manipulation des échantillons.

L'enrobage permet de limiter les effets de bords pendant l'étape de polissage. Le choix d'une résine adaptée à la dureté du matériau à polir qui rendra possible l'examen de la périphérie de l'échantillon par différent technique d'observations (microscope optique, microscope électronique à balayage).

Dans notre étude, nous devons enrober les échantillons par une résine relativement dure de type **SK200** avec un durcisseur, l'opération de l'enrobage est come suite :

- 1- Placement de l'échantillon à l'intérieur des moules cylindrique sur leur surface découpée.
- 2- Nous remplissons les moules cylindriques jusqu'à la moitié par résine SK200.
- 3- Puis nous ajoutons une quantité de durcisseur et on laisse sécher pendant quelques minutes.



Figure II.10 : Résine SK200 avec le durcisseur



Figure II.11 : Les échantillons dans les moles cylindriques

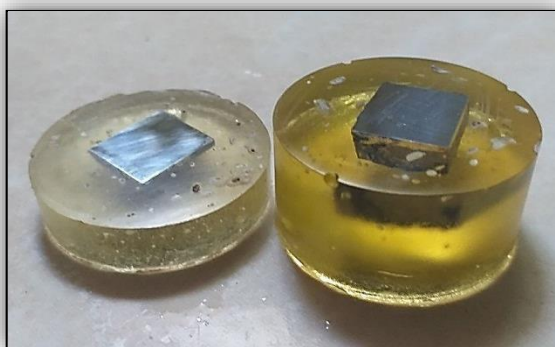


Figure II.12 : Echantillon enrobé

II.2.3.3 Le polissage

Les échantillons enrobés sont subis un cycle de polissage réalisé sur une polisseuse de marque STRUERS sur lequel est collé un papier abrasif. Cette opération a pour but de réduire l'excès de résine qui est déposé sur la surface de l'échantillon, le polissage est réalisé sous lubrification continue (jet d'eau) pour éviter tout échauffement local suite au frottement, en utilisant des papiers abrasifs de différentes granulométries : 400-600-800-1200-2000. Et pour améliorer l'avantage de l'état de surface à analyser on utilise une solution d'alumine en suspension (Al_2O_3), dispersée sur le disque tournant. L'échantillon est ainsi frotté sur ce disque pendant un temps adéquat jusqu'à l'obtention d'une surface brillante ayant l'aspect d'un miroir.

II.2.3.4 Attaque chimique

Après le polissage de finition, la surface est directement lavée, séchée et attaquée par un réactif chimique approprié. Nous avons utilisé le NITAL qui est une solution alcoolique d'acide nitrique à 4% (4ml d'acide nitrique et 96 ml d'éthanol). Son rôle est de révéler les joints de grain et les différentes phases par attaque préférentielle. La durée de l'attaque est de 15 s au maximum puis l'échantillon est lavé par l'eau et séché pour arrêter la réaction.

II.3 Techniques De Caractérisation

Les échantillons préparés ont fait l'objet de caractérisation par plusieurs techniques. La caractérisation des microstructures (la microscopie optique (MO), La microscopie électronique à balayage (MEB)), et essai de micro-dureté.

II.3.1 Microscope Optique

Pour mettre en évidence la microstructure et la morphologie des échantillons, on procède par l'observation au microscope métallographique. L'appareil utilisé est de type **LIECA DMLM** (Figure II.13), assurant un grossissement allant jusqu'à 1000 fois et piloté à un micro-ordinateur permettant d'observer et d'enregistrer les micrographies correspondantes.

II.3.1.1 Principe générale de microscope Optique

Le microscope optique permet d'obtenir des grossissements de l'ordre de 1000. Dans le cadre de la microscopie optique classique, la préparation à observer est déposée sur la platine du microscope. Posée sur une plaquette de verre appelée porte objet ou lame et couverte d'un couvre objet ou lamelle, la préparation est maintenue en place par deux pinces ou valets. La lumière fournie par une lampe ou miroir, est concentrée par le condensateur avant de traverser l'objet. La lumière transmise est captée par l'un des objectifs du microscope. Ces objectifs sont montés sur une pièce tournante appelée tourelle revolver. Finalement l'image agrandie par l'objectif parcourt le tube porte oculaire et est encore magnifiée par l'oculaire sur lequel l'observateur pose son œil. Le grossissement de l'oculaire multiplié par celui de l'objectif fournit le grandissement total de l'image par le microscope.

L'un des principaux inconvénients de la microscopie optique est la limite de résolution relativement importante, une autre limitation de la microscopie optique est le faible contraste produit lorsque la lumière passe à travers un échantillon très mince ou réfléchi par des surfaces avec un haut degré de réflectivité.



Figure II.13 : Microscope optique LIECA DMLM

II.3.2 Microscope Electronique à Balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie électronique qui permet d'obtenir des images en haute résolution de la surface d'un échantillon, L'appareil utilisé est de Model **VEGA3 SBH (TES CAN)** (Figure II.14) à des échelles allant de celle de la loupe (X10) à celle du microscope électronique en transmission (X500.000 ou plus) en utilisant le principe des interactions électrons-matière.

La figure II.15 montre le schéma des principaux constituants d'un microscope électronique à balayage. Il est constitué d'un canon d'électron source d'électrons, d'une colonne électronique composée de plusieurs lentilles électromagnétiques, d'un dispositif de balayage et de différents détecteurs associés aux diverses émissions électroniques et électromagnétiques issues des interactions entre les électrons et les atomes de la cible. [22]

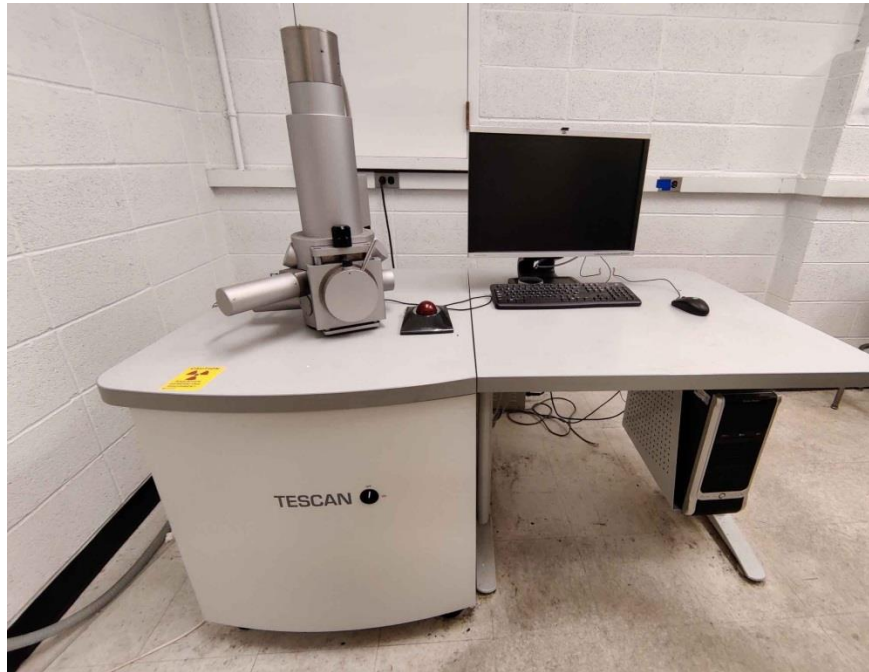


Figure II.14 : Microscope électronique à balayage VEGA3 SBH (TESCAN)

La technique de microscopie électronique à balayage nécessite de travailler sous un vide secondaire de 10^{-5} à 10^{-6} mbar. Le MEB a généralement une capacité de grossissement de 10 à 100 000 fois. Un avantage majeur du MEB vis-à-vis de la microscopie optique est la très grande profondeur de champ qui peut être obtenue (jusqu'à quelques mm). C'est la longueur focale qui définit la profondeur de champ de manière proportionnelle. En revanche, la profondeur de champ est inversement proportionnelle à la résolution. Une résolution de l'ordre du nanomètre peut être obtenue pour une longueur focale courte. Ainsi, le MEB permet à la fois d'observer le relief des surfaces et de très petits détails. Un MEB est constitué de deux éléments spécifiques : la colonne électronique et la chambre d'analyse. [22]

Le principe du MEB repose sur l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface de l'échantillon à analyser. Lorsqu'un faisceau d'électrons entre en contact avec une surface celle-ci réagit en émettant en retour une série de particules et d'ondes. L'interaction n'est pas seulement surfacique, mais un volume en forme de poire situé sous le point d'impact est également sensibilisé par la pénétration du faisceau. D'ailleurs, les particules et ondes émises proviennent chacune d'une zone spécifique de ce volume. Le faisceau pénètre dans la matière d'une profondeur de l'ordre du micromètre. [22]

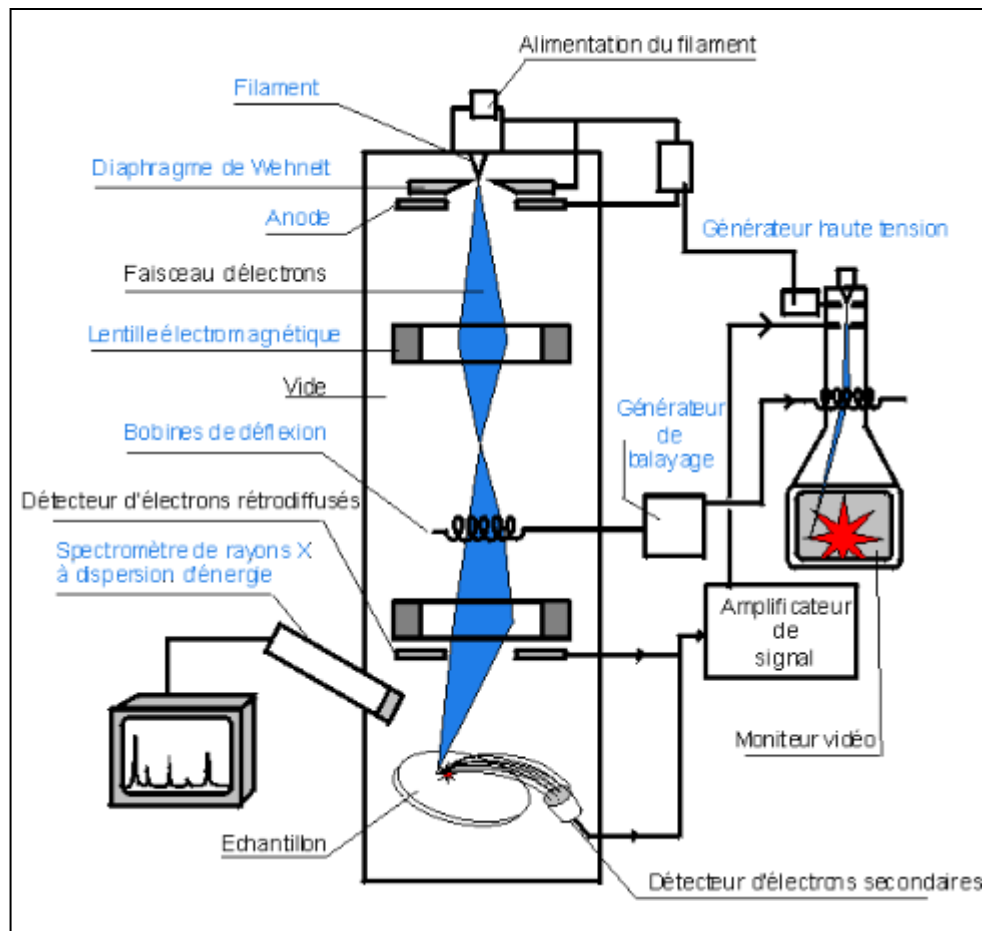


Figure II.15 : Principaux constituants d'un microscope électronique à balayage (MEB)

Grâce au MEB, il est également possible, toujours en exploitant l'interaction entre le faisceau d'électron et la matière, d'obtenir des informations sur la nature chimique des atomes. En effet, l'impact d'un électron de haute énergie peut exciter un atome. La désexcitation, qui intervient lors du retour à l'équilibre de l'atome, se produit avec émission de rayons X. L'analyse de ces rayons permet d'identifier la nature chimique de l'atome. [22]

Cette analyse du spectre d'un rayonnement de rayons X est appelé la spectrométrie à dispersion d'énergie EDS (Energie Dispersive Spectroscopy) la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde WDS (Wavelength Dispersive Spectroscopy). [22]

II.3.3 Microdureté

La dureté, de symbole général H (Hardness), est une propriété mécanique qui exprime la résistance d'un matériau soumis à une déformation plastique localisée (petites indentation ou rayure). Beaucoup de méthodes servent à l'évaluation de la dureté ; les plus courantes consistent à mesurer la résistance à la pénétration.

Le test de microdureté est un test mécanique des propriétés des matériaux qui est utilisé dans la conception technique, l'analyse des structures et le développement des matériaux. Le but principal de l'essai de dureté est de déterminer l'aptitude d'un matériau à une application donnée, ou le traitement particulier auquel le matériau a été soumis.

Les essais les plus courants sont les essais de dureté Brinell, Vickers et Rockwell.

Dans ce travail, on a utilisé le pénétrateur peut être de type pyramide de diamants Vickers, ou pyramide de diamants allongé Knoop, nous avons choisi le pénétrateur Vickers pour les raisons suivantes :

- Le pénétrateur Vickers pénètre environ deux fois plus profondément que le pénétrateur Konotop.
- Diagonale d'indentation Vickers d'environ 1/3 de la longueur de la diagonale Knoop major.
- Le test Vickers est moins sensible aux conditions de surface que le test Knoop.
- Le test Vickers est plus sensible aux erreurs de mesure que le test Knoop.
- Le teste Vickers est mieux pour les petites zones arrondies.

Pour réaliser ce teste, nous avons utilisé plusieurs charge pour calculer la dureté par un microduromètre Mitutoyo MVK-H2 (Figure II.15), mais nous pas obtenu le résultat. En raison de l'épaisseur des couches.

Le pénétrateur utilisé dans cet essai est en forme de pyramide droite à base carrée, d'angle au sommet 136°. On mesure la diagonale d de l'empreinte (ou la moyenne des deux diagonales) avec un microscope micrométrique après enlèvement de la charge constante F qu'on a appliquée. Par la relation suivante.

$$HV = 0,189 \times \frac{F}{d^2} \text{ avec } d = \frac{d1 + d2}{2}$$

F : daN

d1, d2 : mm

Figure II.16 : le microduromètre
Mitutoyo MVK-H2

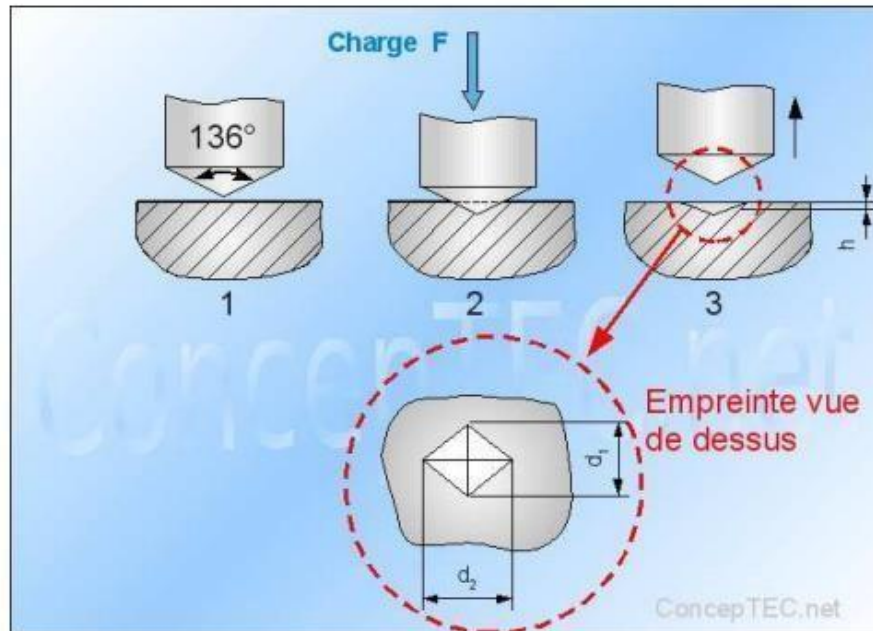
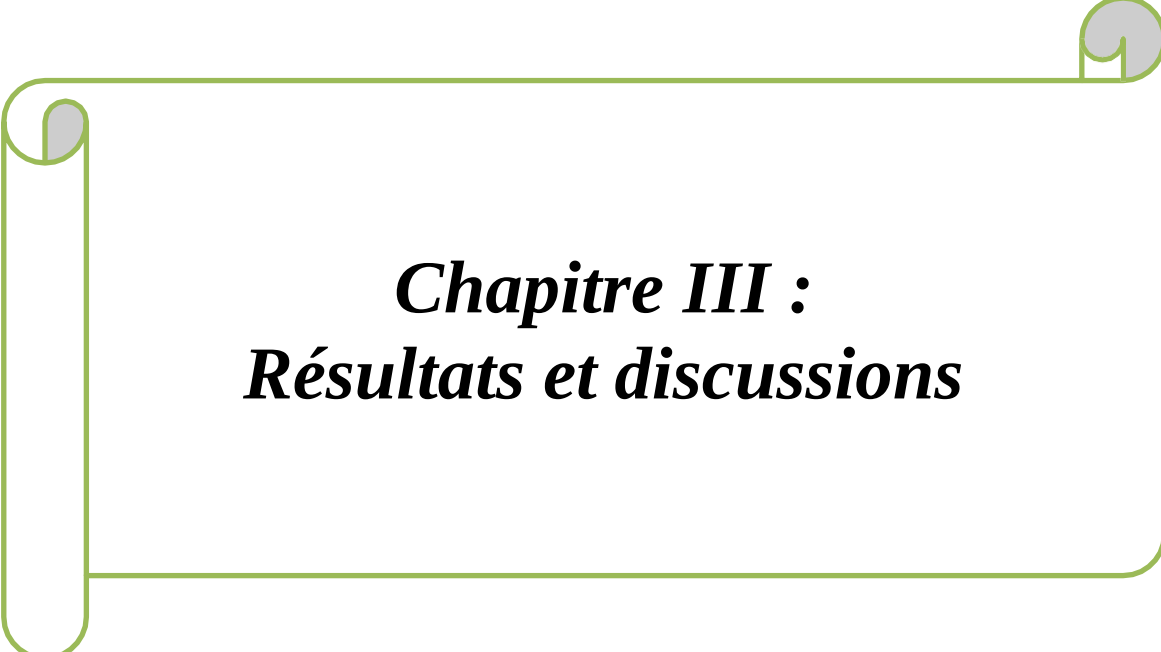


Figure II.17 : Principe de l'essai Vickers



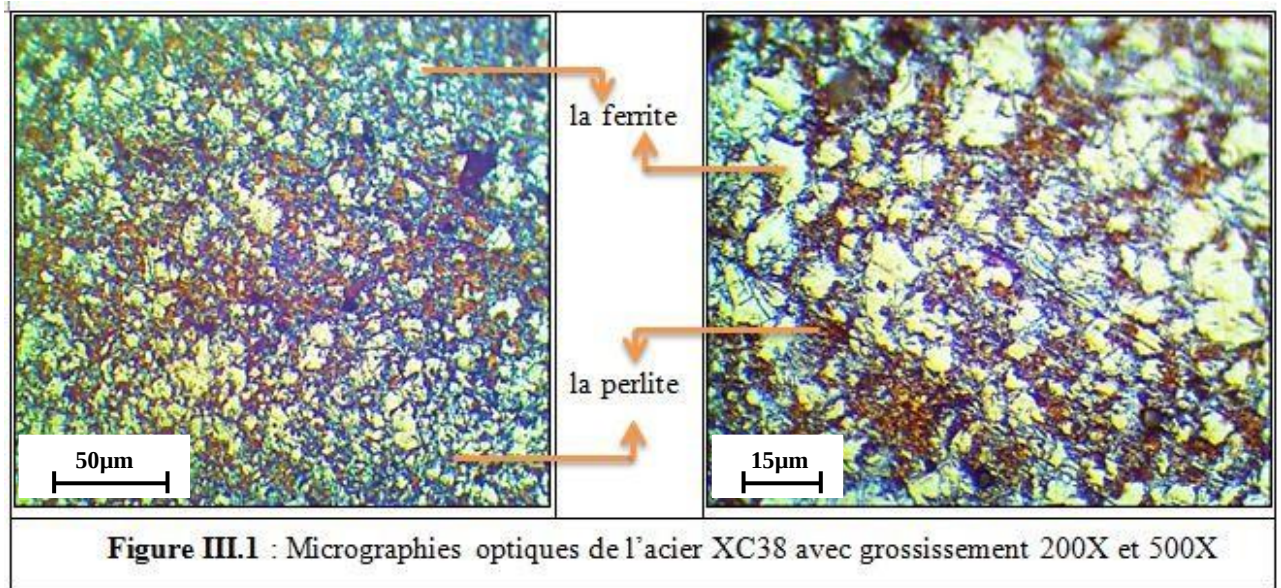
Chapitre III : Résultats et discussions

III.0 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats des expériences menées au cours de ce travail et leur interprétation.

III.1 Micrographies Optiques De L'acier De Base Xc38

Dans cette étude, nous avons utilisé l'acier XC38. L'analyse de cet acier au microscope optique en ou sa permis d'obtenir les micrographies représentées en figure III.1.



D'après les micrographies, on constate des grains clairs qui caractérisent la phase ferritique et des grains sombres qui sont attribués à la phase perlitique. Ceci revient à dire que l'acier XC38 est un acier ferrito-perlitique.

III.2 Caractérisation Microstructurale Des Couches Formées

Le processus de TRD à bain de borax fondu a été réalisé à températures de 950 C° pendant 4 heures pour chaque trois poudre (Cr, Fe-Cr, Fe-Ti) qui représentent les éléments formateurs de carbures (CFE).

Les trois milieux de revêtement composé de 75% de borax et 25% de CFE (Cr, Fe-Cr, Fe-Ti).

Les couches formées ont été caractérisées par microscope Optique (MO) et microscope électronique à balayage (MEB) et technique d'analyse par Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS), micro-dureté.

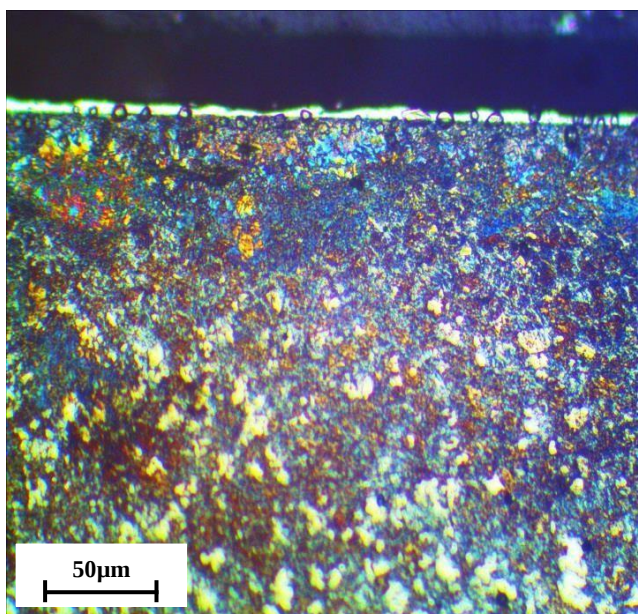


Figure III.2 : Micrographie en MO montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur « Cr » (200X)

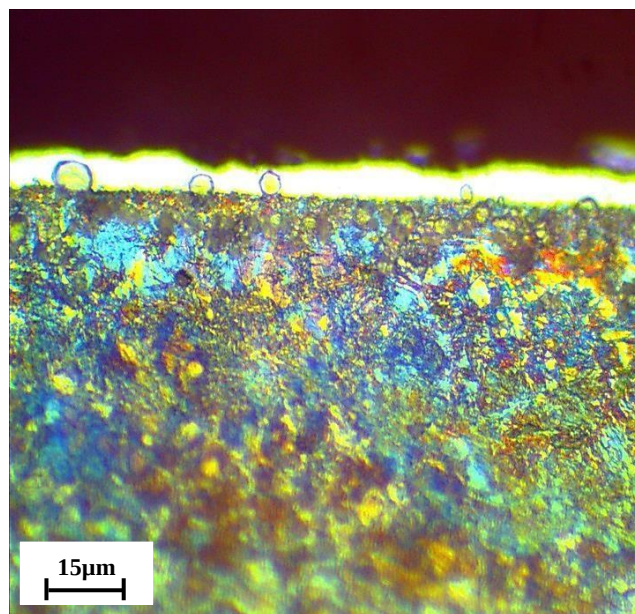


Figure III.3 : Micrographie en MO montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur « Cr » (500X)

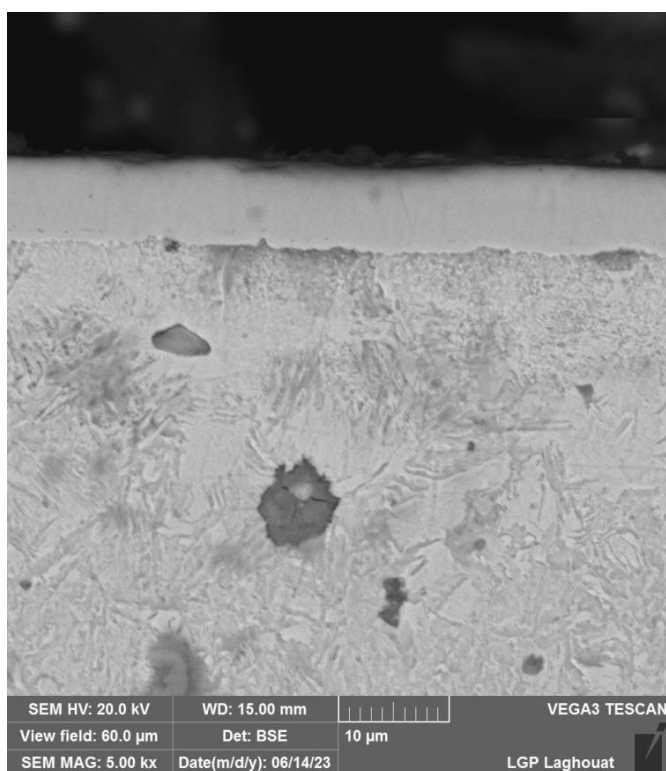


Figure III.4 : Micrographie en MEB montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur « Cr »

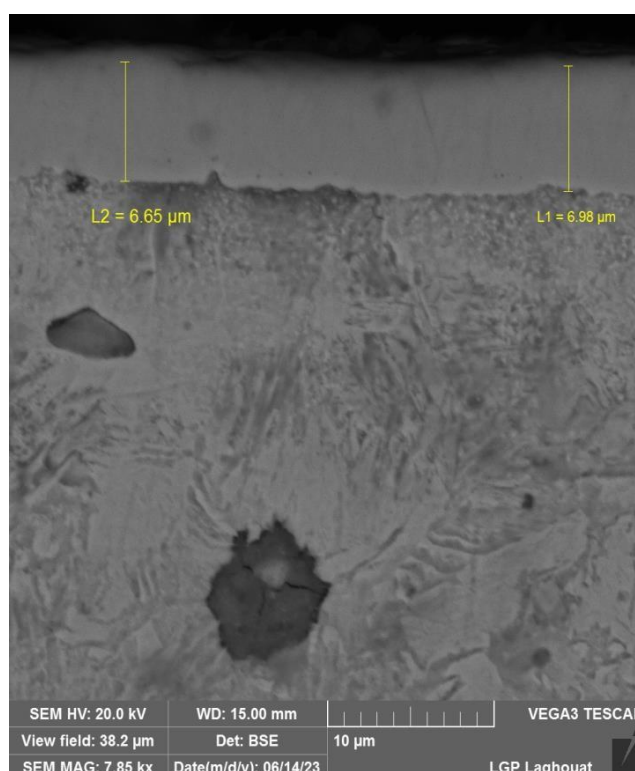


Figure III.5 : Micrographie en MEB montre l'épaisseur de couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur « Cr »

D'après les micrographies, plusieurs remarques peuvent être mises en considérations :

- À partir de deux premières figures (III.1 et III.2), On peut facilement distinguer la présence d'une couche par la différence de couleur par rapport le substrat, ce qui nécessite de faire l'analyse ponctuelle de composition chimique et technique d'analyse par Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) par le microscope électronique à balayage (MEB) pour confirmer la présence de couche de carbure de chrome.

Les figures III.6 et III.7 montre les résultats obtenus par l'analyse de composition chimique.

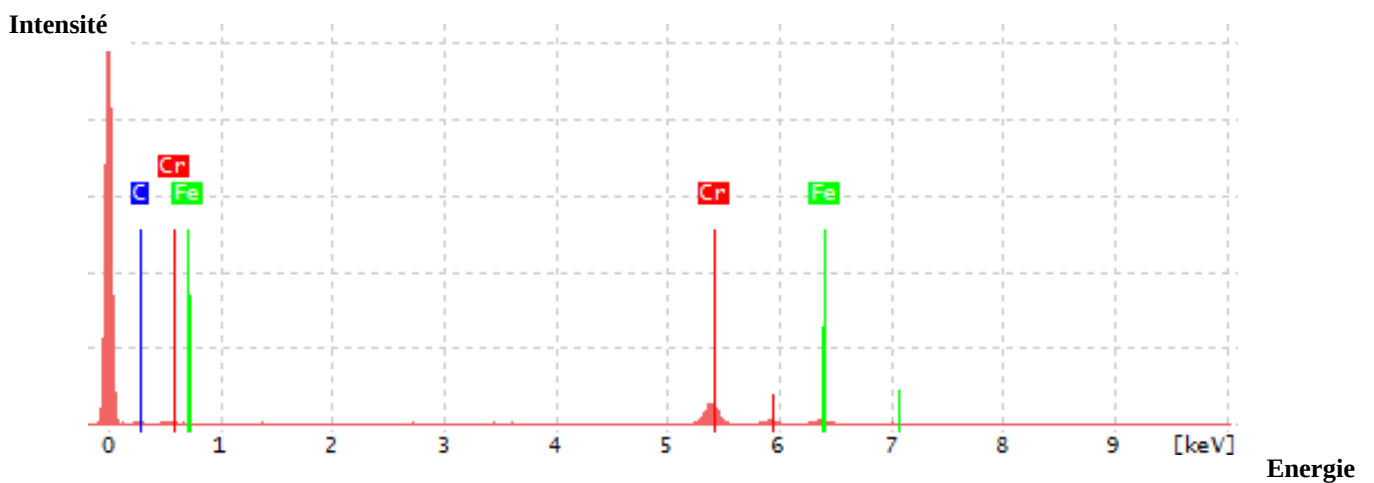


Figure III.6 : Spectre EDS obtenu par MEB de la couche de carbure obtenue par la Poudre Contenant du chrome pur « Cr »

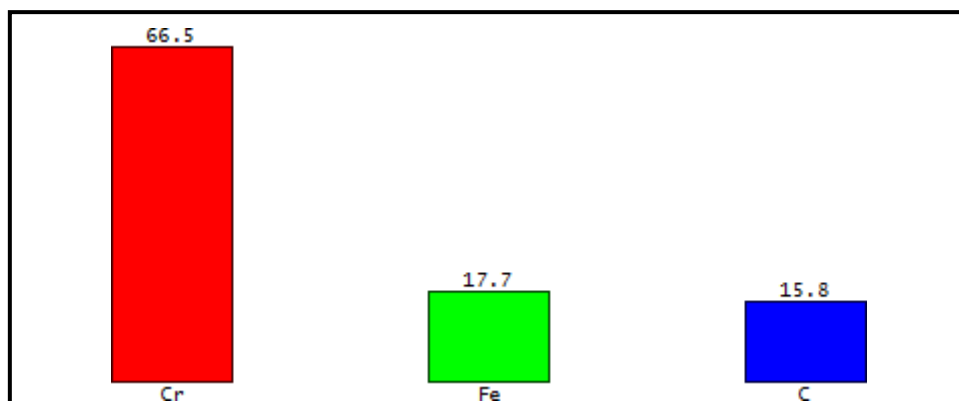
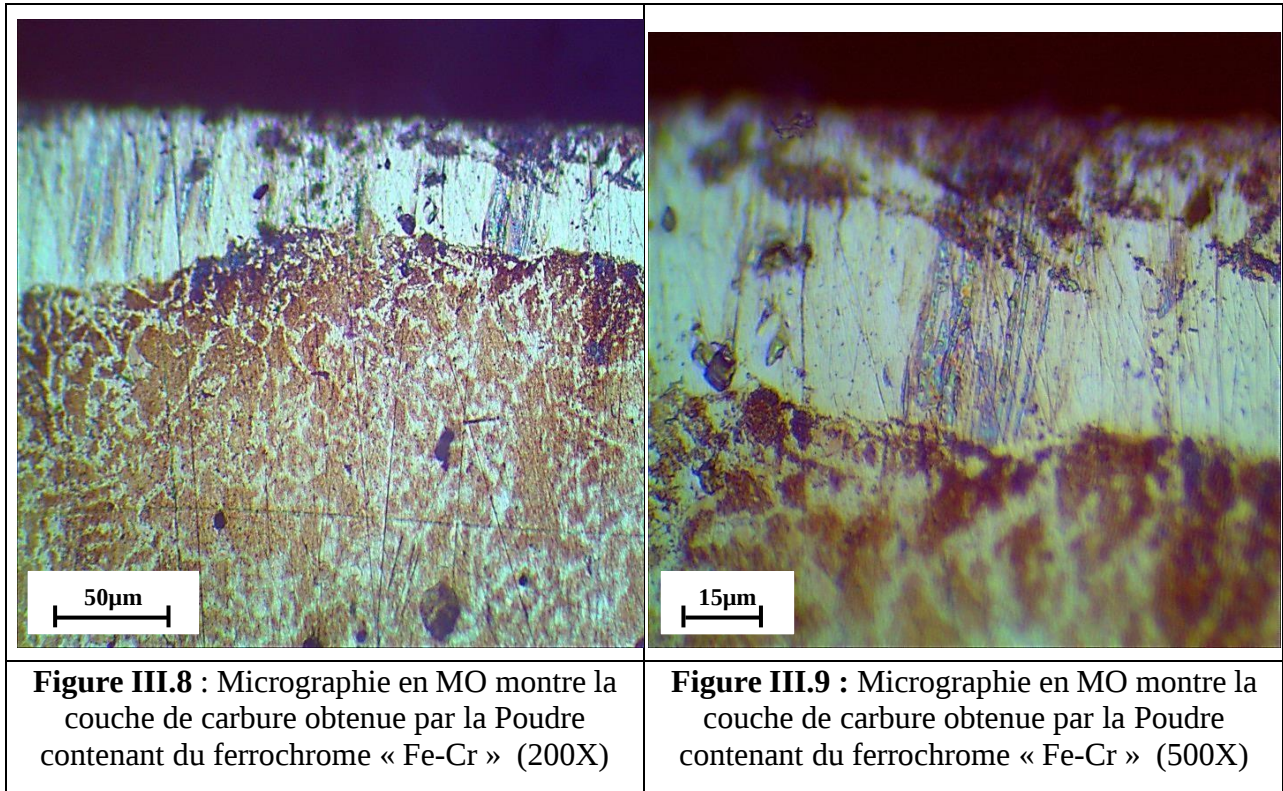


Figure III.7 : l'analyse ponctuelle de composition chimique par MEB de la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur « Cr »

D'après les résultats, On remarque l'apparition d'une nouvelle phase qui représente le Cr de pourcentage 66,5%, avec l'augmentation de pourcentage de carbone à 15,8 %. Donc on conclut que la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur c'est la couche de carbure de chrome.

Les figures (III.8, III.9) montrent la couche qui obtenue par la poudre contenant le ferrochrome (Fe-Cr) comme élément de formateur de carbure.



Selon les figures, on remarque la différence de couleur entre la surface et l'acier ce qui nous permet de dire il y a une couche formée par la diffusion de Cr qui présente dans la poudre de ferrochrome (Fe-Cr). Mais après l'analyse ponctuelle de composition chimique et technique d'analyse par Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) par le microscope électronique à balayage (MEB) Nous avons remarqué qu'il n'y a aucune trace de couche de carbure.

Les figures (III.10, III.11, III.12) montrent la couche qui obtenue par la poudre contenant le Ferro- titane (Fe-Ti) comme élément de formateur de carbure de chrome.

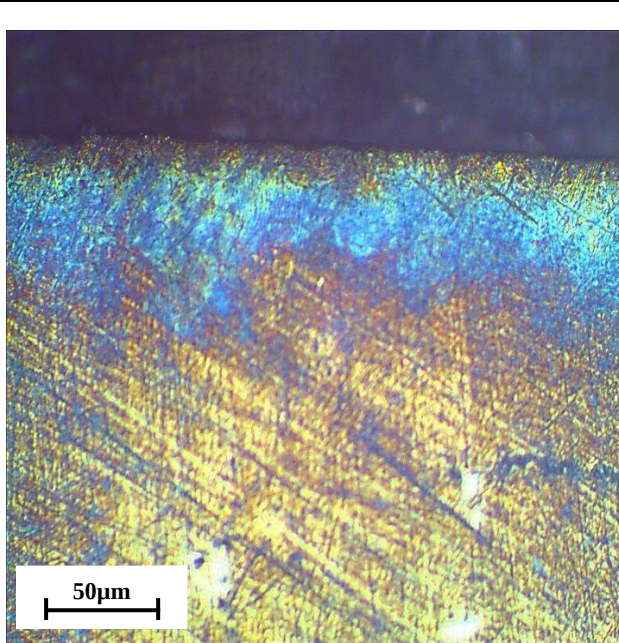


Figure III.10 : Micrographie en MO montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du Ferro-Titane « Fe-Ti » (200X)

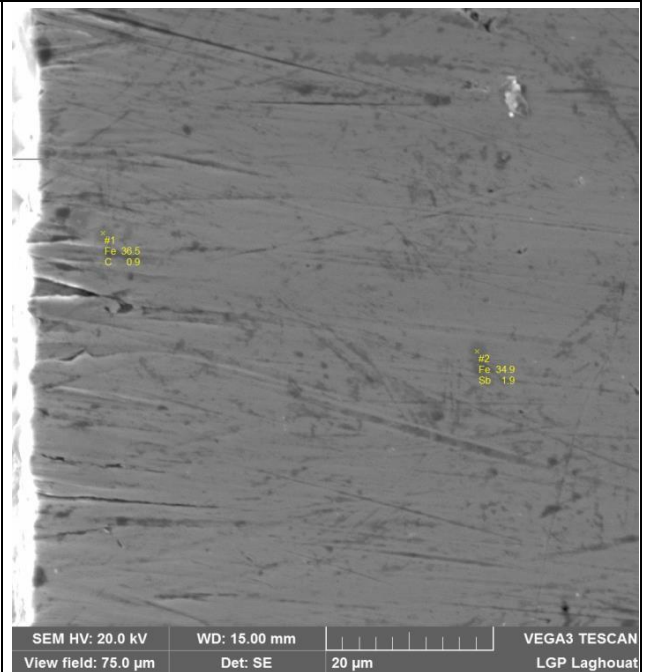


Figure III.12 : Micrographie en MEB montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du Ferro-Titane « Fe-Ti »

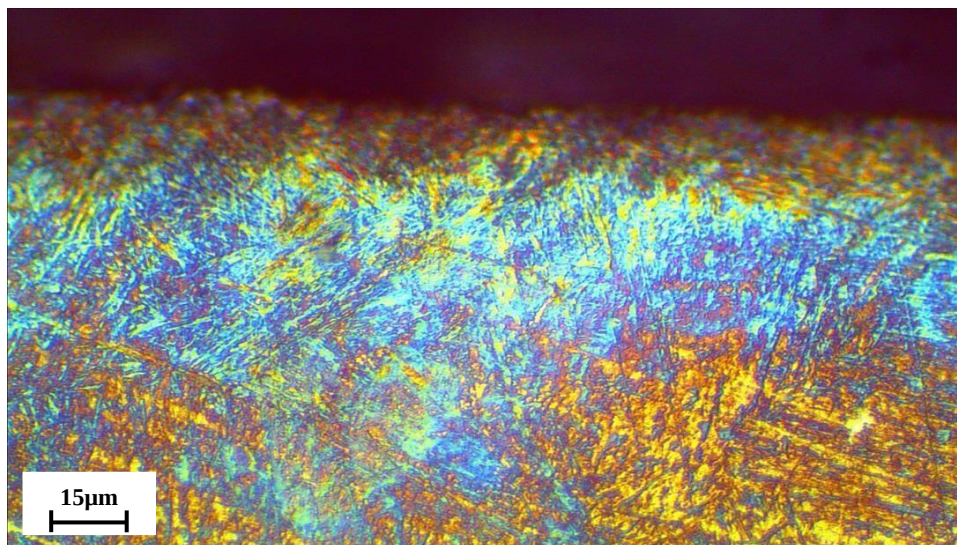


Figure III.11 : Micrographie en MO montre la couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du Ferro-Titane « Fe-Ti » (500X)

Selon les figures, on remarque la différence de couleur entre la surface et l'acier ce qui nous permet de dire il y a une couche formée par la diffusion de Ti qui présente dans la poudre de Ferro-Titane (Fe-Ti). Mais après l'analyse ponctuelle de composition chimique et technique d'analyse par Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) par le microscope électronique à balayage (MEB) Nous avons remarqué qu'il n'y a aucune trace de couche de carbure de Titane.

Donc, nous pouvons dire que la poudre du chrome pur a conduit à la meilleure couche de carbure.

D'après les résultats de spectre EDS et l'analyse ponctuelle pour les trois traitements on remarque :

- **Pour Traitement 1 :** (Cr pur + borax)
 1. L'apparition d'une nouvelle phase qui représente le Cr de pourcentage **66,5%**.
 2. L'augmentation de pourcentage de carbone à **15,8 %**.
- **Pour Traitement 2 :** (Fe-Cr + borax)
 1. Aucune Trace de Cr sur la surface de l'acier
- **Pour Traitement 3 :** (Fe-Ti + borax)
 1. Aucun changement de pourcentage de carbone entre le substrat et la surface (pas de diffusion de carbone)
 2. Aucune Trace de Ti sur la surface de l'acier (pas diffusion de Ti)

D'après les remarques précédentes on conclut que :

- La couche de carbure obtenue par la Poudre contenant du chrome pur c'est la couche de carbure de chrome
- Pas d'observation des couches de carbure pour traitement 2 (Fe-Cr) et 3 (Fe-Ti)

Peuvent être dus à des raisons suivantes :

1. Les étapes expérimentales de traitement 2 et 3 (type de refroidissement)
2. Les poudres utilisées (Fe-Cr, Fe-Ti)
3. Viscosité élevée de Borax (co-addition d'oxydes et des réactifs réducteurs qui peut apporter certains avantages, tels qu'une viscosité modérée, une plus grande facilité de lavage du sel attaché et une diminution des boues au fond du bain).
4. Le temps de traitement

L'analyse par diffraction des rayons x (DRX) C'est la meilleure méthode pour identifier les phases présence dans les couches, et pour confirmer les résultats obtenus. Mais cette technique d'analyse ne sont pas disponibles pour l'instant, nous ne pouvons rien confirmer.

III.3 Essai micro-dureté :

Le mesure de micro-dureté effectuée à l'aide de micro-duromètre Vickers de type (Mitutoyo MVK-H2) sou charge de **10g** pour la couche de chrome pur (traitement 1), mais comme L'épaisseur de couche est de l'ordre 6,65 μm , Ceci a conduit à difficulté d'appliquer l'essai de micro-dureté.



CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

L'objectif principal de ce travail est d'élaborer un revêtement de carbure de chrome sur la surface d'acier XC38 a pour but d'améliorer le comportement de l'acier, plus précisément les propriétés mécaniques tel que la dureté.

L'acier étudié subit un procédé thermochimique dit le procédé de diffusion thermo-réactive (TRD) dans les sels fondus, avec des poudres d'élément formateur de carbure CFE tel que (Cr /Fe-Cr /Fe-Ti) le traitement ce fait par laissé l'acier dans le bain de borax et avec l'un des poudres précédant à la température de 950 C° pendant 4h.

Diverses caractérisations ont été utilisées pour confirmer la réalisation des couches : microscope optique (MO) ; microscope électronique à balayage (MEB), technique d'analyse par Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) ; essai micro-dureté.

À partir des résultats obtenus, on peut conclure les remarques suivantes :

- ✚ Le procède de TRD a bain de sel fondu est capable de produire des revêtements plus ou moins denses de carbures.
- ✚ Les revêtements formés ayant de composition chimique différente de substrat, ce qui entraîne à améliore les propriétés mécanique de l'acier tel que la dureté.

Le procède TRD a bain de sel fondu est utilisé dans divers application pratique tel que (l'équipement automobiles, traitement des composants de diverses machines.....etc.), en raison de leur avantage notamment l'épaisseur de couche formée et une meilleure adhérence aux substrats.

Référence bibliographique

- [1] **Alain PRONER** : Revêtements par projection thermique, Technique de l'Ingénieur dossier M1645, 10 sept 1999.
- [2] **(J.L. Dossett et G.E Totten, 2013)** Totten, G. E., Dossett, J. L., Kobasko, N. I., Dossett, J., & Totten, G. E. (2013). Quenching of Steel. ASM Handbook, 4, 91-157.
- [3] **Dr. N. Bouzeghaia**, “Cours Traitements de surfaces,” Université Batna 2, pp. 1–38.
- [4] **DJERIBAA ABDELJALIL**, “ influence des traitements de surface sur les propriétés mécaniques ” thèse de magister université mentouri constantine , 2007.
- [5] **Robert Lévêque**, “Traitements et revêtements de surface des métaux,”p 480,2022.
- [6] **(E.J. Mittemeijer, 2015) Eric J. Mittemeijer and Marcel A.J. Somers**, The thermoreactive deposition and diffusion process for coating steels to improve wear resistance, 2015, p 703-735.
- [7] **ABDI Mohamed**, “Simulation de la cinétique de croissance des couches borurées FeB, Fe₂B par la méthode intégrale ” these de master Université Ibn Khaldoun - Tiaret, 2020.
- [8] **Mohamed SIDI MOUSSA**, “étude de la borocarbonitruration d'un acier au carbone et des aciers au chrome : caracterisation des couches obtenues,”thèse de magister université Saad dahlab de blida, 2016.
- [9] **C. LEROUX**, Techniques de l'Ingénieur,“Traitements thermochimiques superficiels - Présentation et classification,” Trait. des métaux, vol. 33, no. 0, 2011, ref: M1221V1 doi: 10.51257/a-v1-m1221.
- [10] **A.E.L. Mohri**, “Cours Traitements de surface Ch IV Traitement de surface par revêtements,” Ingénierie des Matériaux et des surfaces pp. 1–19.
- [11] **BOUAMERENE Mohammed Saïd**, “ apport des multicouches a bases de CrN aux performances des moules en fonderie d'aluminium,” thèse de doctorat université m'hamed bougara-boumerdes, 2021.

- [12] **Berkani Oumaima**, “ étude comparative de deux méthodes d’élaboration de couches minces : sol-gel et spray pyrolyse ” thèse de master Université larbi ben M’hidi Oum el Bouaghi, 2020.
- [13] **(J.L. Dossett et G.E Totten, 2013)** Totten, G. E., Dossett, J. L., Kobasko, N. I., Dossett, J., & Totten, G. E. (2013). Quenching of Steel. ASM Handbook, 4, 91-157.
- [14] **F. S. Chen, P. Y. Lee, and M. C. Yeh**, “Thermal reactive deposition coating of chromium carbide on die steel in a fluidized bed furnace,” Mater. Chem. Phys., vol. 53, no. 1, pp. 19– 27, 1998, doi: 10.1016/S0254-0584(97)02048-8.
- [15] **A. Günen**, “Characteristics and high temperature wear behavior of chrome vanadium carbide composite coatings produced by thermo-reactive diffusion,” Surf. Coatings Technol., vol. 402, no. August, 2020, doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.126402.
- [16] **B. Kurt, Y. Küçük, and M. Sabri Gök**, “Microabrasion Wear Behavior of VC and CrC Coatings Deposited by Thermoreactive Diffusion Technique,” Tribol. Trans., vol. 57, no. 2, pp. 345–352, 2014, doi: 10.1080/10402004.2014.880538.
- [17] **M. Azizi and M. Soltanieh**, “Kinetic study of niobium carbide coating formation on AISI L2 steel using thermo-reactive deposition technique,” Int. J. Eng. Trans. B Appl., vol. 23, no. 1, pp. 77–86, 2010.
- [18] **O. Ganji, S. A. Sajjadi, Z. G. Yang, and M. Mirjalili**, “Tribological properties of duplex coatings of chromium-vanadium carbide produced by thermo-reactive diffusion (TRD),” Ceram. Int., vol. 48, no. 6, pp. 7475–7490, 2022, doi: 10.1016/j.ceramint.2021.11.292.
- [19] **(T. Arai, 2013) T. Arai and Kawasaki-shi**, Thermo-Reactive Deposition and Diffusion Process, Encyclopedia of Tribology, 2013, p3655-3662.
- [20] **A. Ghadi, M. Soltanieh, and H. R. K. Zarchi**, “Effect of Salt Bath Composition on the Chromium Diffusion on Plain Carbon Steels by TRD Process,” vol. 328, pp. 377–382, 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/DDF.326-328.377.
- [21] **N. Tecnolog and D. Fecha**, “Vanadium carbide coatings produced on gray cast iron using the thermo-reactive deposition / diffusion technique,” pp. 333–338, 2015.

[22] **BOUAMERENE Mohammed Saïd**, “ apport des multicouches a bases de CrN aux performances des moules en fonderie d’aluminium,” thèse de doctorat université m’hamed bougara-boumerdes, 2021.

ملخص :

الهدف الرئيسي من هذا العمل هو تشكيل طلاء من كربيد الكروم على سطح الفولاذ XC38 بهدف تحسين من سلوك الفولاذ، وبشكل أكثر دقة تحسين من خصائصه الميكانيكية مثل الصلابة. خضع الفولاذ المدروس لمعالجة كيميائية حرارية تُعرف باسم عملية الانتشار الحراري التفاعلي (TRD) في الأملاح المنصهرة، من أجل إجراء التجربة، تم تحضير حمام من ملح البوراكس عشاري الهيدرات المنصهر ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) مع مساحيق من العناصر مكونة لكربيد CFE المتمثلة في: (Cr أو Fe-Cr أو Fe-Ti) تمت المعالجة بترك الفولاذ في حمام البوراكس مع احدى المساحيق المذكورة سابقا لمدة 4 ساعات وعند درجة حرارة 950 درجة مئوية. استخدمت مختلف الطرق التوصيف المختلفة بهدف تأكيد تشكل الطبقات مثل: المجهر الضوئي (MO)، والمجهر الإلكتروني الماسح (MEB) ؛ التحليل الطيفي للأشعة السينية لتشتت الطاقة (EDS) ؛ واختبار الصلابة الدقيقة. أظهرت هذه الدراسة أن عملية الانتشار الحراري التفاعلي (TRD) في حمام البوراكس المنصهر تنتج طبقات مدمجة من الكربيدات بخصائص وتكوين كيميائي سطحي مختلف عن تلك الموجودة داخل الفولاذ (الركيزة).

الكلمات المفتاحية

طلاء , كربيد الكروم , معالجة كيميائية حرارية , الانتشار الحراري , عناصر مكونة كربيد

Résumé :

L'objectif principal de ce travail est d'élaborer un revêtement des carbure de chrome sur la surface d'acier XC38 a pour but d'améliorer les comportements de l'acier, plus précisément les propriétés mécaniques tel que la dureté.

L'acier étudié a subi un procédé thermochimique dit le procédé de diffusion thermo-réactive (TRD) dans les sels fondus, pour réaliser l'expérience on a préparé un bain de borax fondu déca-hydraté ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 - 10\text{H}_2\text{O}$) avec des poudres d'élément formateur de carbure CFE tel que (Cr ou Fe-Cr ou Fe-Ti) le traitement ce fait par laissé l'acier dans le bain de borax et avec l'un des poudres précédant à température de 950 C° pendant 4h.

Diverses caractérisations ont été utilisées pour confirmer la réalisation des couches : microscope optique (MO) ; microscope électronique à balayage (MEB) ; technique d'analyse par Spectroscopie des rayons X à dispersion d'énergie (EDS) ; essai micro-dureté.

Cette étude montre que le procédé TRD à bain de borax fondu produit des couches compactes des carbures avec des propriétés et de composition chimique surfacique différentes de celle qui existent à l'intérieur du matériau (substrat).

Mots clés : revêtement, Carbure de chrome, procédé thermochimique, diffusion, TRD, CFE.