



## EDITO par Alain Viola

### LA FABRICATION DES PROPRIÉTÉS DES MATÉRIAUX

L'obtention des caractéristiques recherchées au niveau du produit final démarre dès la phase de conception au bureau d'étude avec le choix du matériau et de sa mise en œuvre ; chaque étape de la fabrication apporte sa contribution et les traitements finaux viennent en complément pour conférer les propriétés spécifiques souhaitées par le concepteur. La compétition pour l'obtention des propriétés recherchées ne se limite pas aux seuls traitements des matériaux mais affecte les acteurs de toute la chaîne de fabrication. Notre prochain congrès de Nantes A3TS 2011, les 6 et 7 juillet 2011, se propose de faire le point des innovations dans ces différents domaines au cours de trois sessions consacrées aux matériaux, aux procédés de mise en œuvre innovants associés aux traitements thermiques et de surface. Dans cette attente, bonne lecture de ce numéro 3 d'A3TS Science et Technique. Je vous rappelle que c'est VOTRE recueil et que vous pouvez nous faire part de vos nouveautés, travaux et développements et nous faire connaître vos critiques et suggestions.

## INFOS TECHNIQUES

### FRAGILISATION PAR L'HYDROGENE

23 & 24 novembre PARIS

Deux journées ont été consacrées aux différents aspects de la fragilisation par l'hydrogène (FPH ou HE pour "hydrogen embrittlement"). Le programme des communications proposait une subdivision, après les conférences plénières consacrées aux aspects fondamentaux, en 4 parties :

- FPH et matériaux,
- FPH et traitements,
- Méthodes de caractérisations,
- Problématiques par métier.

Après avoir assisté aux présentations, les conférences présentées auraient pu se classer selon les thèmes suivants :

- Quelle est l'échelle concernée ?
- Quelles sont les origines de l'hydrogène dans les matériaux ?
- Quels sont les mécanismes comportementaux avec les matériaux ?
- Quels sont les moyens de caractérisations de la FPH ?

L'échelle balayée va du nanomètre au millimètre :

- Le nanomètre est l'échelle des universitaires qui regardent, calculent les concentrations possibles en hydrogène au niveau quasi atomique en réaction avec les défauts (dislocations, lacunes et joints de grain). Des modèles et des équations de diffusivité, de calcul des concentrations et des désorptions sont proposés. Le plus souvent ces études sont conduites via des isotopes de l'hydrogène. (Cf. les 2 conférences plénières : "Absorption et diffusion de l'hydrogène dans les alliages à base de fer et nickel; conséquences sur l'endommagement" J. Chêne (CNRS/CEA) -

- "Une réflexion sur les diverses méthodologies développées afin de caractériser la solubilité et la diffusivité de l'hydrogène dans les alliages métalliques et leurs conséquences sur leurs fragilisations." X. FEAUGAS (Université de La Rochelle).

Ces études permettront de comprendre les mécanismes et souvent de confirmer les théories intuitives.

- Le micromètre accessible par la microscopie à balayage s'intéresse aux identifications de la présence ou du passage de l'hydrogène via notamment les modes de rupture par décohérence - clivage. Il concerne aussi les aspects microstructuraux des alliages.

- Le millimètre est celui du praticien qui doit maîtriser au niveau de son process comme en soudage, en traitement thermique ou en traitement de surface le risque d'hydrogénation.

Les origines de l'hydrogène sont multiples, évidentes lorsqu'il s'agit de stockage du gaz (jusqu'à des pressions de 1000 Bar) : (Cf. "Méthodes de test pour la sélection des matériaux métalliques utilisés pour le stockage H2 haute pression". AIR LIQUIDE). Elles proviennent du process dans le cas des procédés de décapage acide, de traitements électrolytiques tels que les revêtements de zinc et cadmium, ou encore dans le cas des traitements sous atmosphère à haute teneur en hydrogène (Cf. "Comparaison entre cémentation basse pression et gazeuse". LINDE GAZ).

L'hydrogène peut également être généré par les mécanismes de corrosion en milieu humide et contribuer ainsi à une progression rapide, voire catastrophique de la corrosion fissurante sous contrainte. (Cf. "microstructural and temperature effects on hydrogen embrittlement of Ni base polycrystalline superalloys" - "Contribution of hydrogen embrittlement on the global stress corrosion intergranular crackings sensitivity of aluminium alloys seen from fracture surface observations" - "la fragilisation par l'hydrogène des aciers inoxydables à l'azote et cas de fragilisation d'un acier galvanisé").

La FPH se concentre autour du tryptique : conditions de chargement/milieu - état des contraintes - matériau. Ce dernier a un comportement spécifique vis à vis de l'absorption d'hydrogène, de la quantité qu'il peut stocker et diffuser, de la désorption plus ou moins facile et de son comportement vis à vis de la mécanique de la rupture (ductile-fragile). La sanction est souvent la rupture différée. Le niveau de résistance est généralement un critère majeur comme en boulonnerie haute résistance, certaines normes excluent des résistances supérieures à 1200 MPa sur des produits en acier revêtus par électrolyse. Les producteurs d'aciers et de visserie se sont attachés à développer des nuances à bonne trempabilité dégazées sous vide, micro-alliées avec des éléments favorisant le non piégeage de l'hydrogène et de haute pureté inclusionnaire avec un très bas soufre et phosphore. Ainsi sur des vis (vis de bielle par exemple), des résistances de 1500 MPa peuvent être envisagées sans risque de rupture différée, moyennant des garanties sur la gamme de traitement thermique et sur les conditions de serrage.

(Cf. "Optimisation de la résistance à la rupture différée induite par l'hydrogène des nuances d'aciers pour frappe à froid. Les voies proposées par les sidérurgistes" - ARCELOR MITTAL) - "Développement d'une nouvelle nuance d'acier pour visserie hautes caractéristiques" Partenariat PSA-ARCELOR MITTAL-LISI AUTOMOTIVE).

L'austénite aura un comportement différent de la ferrite (plus forte capacité d'absorption pour l'austénite mais désorption moins aisée), les phases intermétalliques et certains précipités comme dans les superalliages type inconel 718 ont un rôle important, certaines comme la phase delta piègent l'hydrogène et empêche sa diffusion pour éviter la rupture fragile. Dans la galvanisation à chaud on a pu observer un rôle néfaste des intermétalliques par rapport à une couche de zinc sans précipités. Des exemples d'avaries constatées ont été présentés, notamment dans le secteur de l'automobile, les orateurs ont mis l'accent sur la difficulté du diagnostic et ont justifié les exigences spécifiées sur les produits.

(Cf. *Problématique corrosion de la fragilisation par l'hydrogène dans les organes mécaniques automobiles PSA - Cas concrets d'avaries dans l'automobile - RENAULT*)

Une part importante a été consacrée aux revêtements de zinc-nickel pour lesquels des études ont démontré la possibilité de s'affranchir des risques de fragilisation grâce à une concentration en nickel plus forte à l'interface avec des bains alcalins à teneur en nickel supérieure à 10%.

(Cf. *Elaboration d'un revêtement électrolytique de zinc-nickel en milieu alcalin sur acier au carbone à haute résistance. Etude de l'interaction hydrogène/ zinc-nickel - ZnNi - Plating of high strength steel components - Electroplating and hydrogen-embrittlement : the special role of zinc-nickel layers.*)

Concernant les mesures et caractérisations, celles-ci se feront sur le produit "contaminé" ou sur échantillon. Les dosages se feront par catharomètre pour mesurer le volume total (cf. *Dosage de l'hydrogène, méthodes particulièrement adaptées au cas du soudage: analyse selon ISO 3690, catharométrie, extraction à chaud - INSTITUT DE SOUDURE*) alors que les dosages localisés et gradients, interviendront par des mesures physiques telles que la microanalyse nucléaire (ERDA et NRA) (Cf. *"la microanalyse nucléaire des matériaux : voir l'hydrogène sous toutes ses formes ?" - CNRS, CEA*). Les essais mécaniques mettant en évidence la sensibilité à la rupture différée ou à la chute de ductilité se font le plus souvent par traction lente à vitesse imposée (Cf. *"Caractérisation par traction lente de l'hydrogène, du phosphore et du carbone et de leur effet sur l'endommagement" - Cetim*) - *"Hydrogen embrittlement-slow low test" MESSIER DOWTY*) mais il semble qu'il y ait un grand nombre d'essais préconisés notamment dans les normes ASTM (Cf. *"Mechanical hydrogen embrittlement, evaluation according to ASTM FS19" - INSTRON*) dont les utilisateurs déplorent la lourdeur avec des difficultés de choix et d'interprétation. Lors de la conférence une proposition de création d'un groupe de travail sur ce sujet a été faite. Pour évaluer le volume d'hydrogène dégagé lors d'un processus d'électrolyse une double perméation permet de recueillir l'hydrogène qui sera dosé par Chronoampérométrie. Pour suivre la qualité des bains de cadmiage, *MESSIER SERVICE* utilise une jauge de Lawrence qui reçoit le revêtement sur une cellule sous vide et sur laquelle le temps de désorption d'hydrogène est mesurée via un courant électronique. (Cf. *"Essai à la jauge à hydrogène pour le suivi des bains de cadmiage"*)

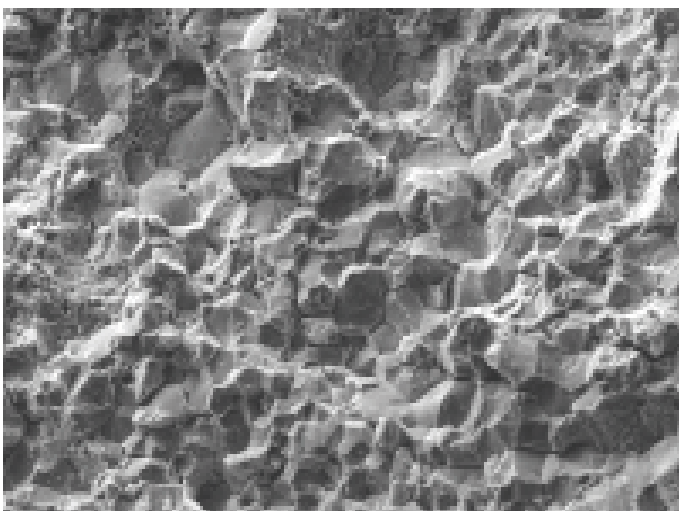


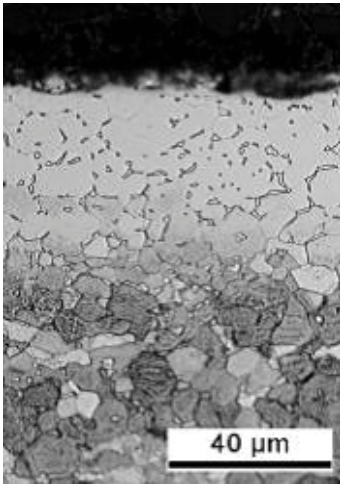
Notons, si l'on en croit la présentation de J.M. Olive (*université de Bordeaux 1*) rapportant son expérience de trois années au Japon dans un campus universitaire à Kyushu, créé en 2004, regroupant de multiples équipes de recherche sur l'hydrogène, que ce pays considère ce gaz comme stratégique : *"Hydrogen save the world"* tel est le sous-titre (illustré par un manga) proposé lors d'une conférence internationale ! A côté des applications en tant que combustible, les aspects comportementaux fondamentaux font l'objet d'études qui faisaient l'envie des universitaires présents.

## BRÈVES

### INDUSTRIE

**L' OHD : UNE SOLUTION POUR AMELIORER  
LES PROPRIETES TRIBOLOGIQUES  
DES ALLIAGES DE TITANE**





Le traitement OHD (Oxygen Diffusion Hardening) développé par la société Listemann consiste à introduire de l'oxygène en surface d'un alliage de titane. L'installation de traitement opère sous basse pression d'oxygène. Elle permet de réaliser des couches d'épaisseur pouvant atteindre 80 µm et exemptes d'oxydes.

La micrographie ci-dessus montre une couche réalisée sur un Ti6Al4V.

La dureté superficielle obtenue peut atteindre 1200 HV. Ce traitement peut être appliqué à tous les titanes et alliages à basse teneur en aluminium, en phase  $\alpha$  et en particulier aux Ti, Ti6Al4Nb, Ti6242 ...

[b.kuntzmann@listemann.com](mailto:b.kuntzmann@listemann.com)

### 3 MA : UN CONTRÔLEUR DE CND INTÉGRÉ PERMETTANT LES CONTRÔLES D'ÉPAISSEUR DE TRAITEMENT, LA MESURE DE LA DURETÉ ET DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES.

Les applications revendiquées par les développeurs de cet appareil sont :

- Le contrôle des composants ayant subi un durcissement
- Le suivi des surfaces usinées ou traitées mécaniquement (rectification, shot peening, tournage dur ...)
- L'évaluation des contraintes de soudage et des profils de contraintes liés aux différentes étapes du process de fabrication

Basé sur une analyse des propriétés électromagnétiques des matériaux, cet appareil exploite les données relatives aux courants de Foucault, à la perméabilité magnétique, aux champs magnétiques tangentiels et au bruit Barkhausen.

Les résultats des mesures présentés lors d'un congrès (31st Annual Review of Progress in QNDE, Colorado School of Mines at Golden, Colorado, July 25-30, 2004) semblent en bon accord avec les valeurs trouvées avec les moyens conventionnels de dureté et de contraintes (Rayons X).

Réf : I. Altpeter, G. Dobmann, R. Kern, E. Schneider, B. Wolter and M. Spies Fraunhofer-Institut Zerströrungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken, Germany Y. Lejeune QNet Quality Management GmbH.

### UN CENTRE DE TRAITEMENT THERMIQUE HIGH TECH

Bodycote a regroupé sur son site de la Talaudière : des traitements de nitruration, nitrocarburation et connexes (procédés Nivox, Corr-I-Dur, Nitral) ; des équipements de cémentation sous basse pression ; des installations de traitement thermique sous vide permettant de réaliser des trempe sous gaz depuis la pression atmosphérique jusqu'à l'ambiante. Depuis peu, cet ensemble a été complété par une salle propre climatisée qui accueille des installations d'implantation ionique.

[sales.france@bodycote.com](mailto:sales.france@bodycote.com)

### PLASMATREAT

Cette société spécialiste en conception, développement et production de machines de plasma à pression atmosphérique développe un procédé breveté Openair utilisé pour l'amélioration des collages, l'activation des surfaces avant dépôt de vernis. Ce procédé permet une amélioration notable de la mouillabilité des surfaces. Il est utilisé chez Volkswagen pour le collage de joints de porte.

Galvano Organo N°795 – Septembre 2010

# CONGRÈS



**8-10 février 2011, New Orleans, Louisiana, USA :**  
**ASETSDefense 2011: Sustainable Surface Engineering for Aerospace and Defense**  
[www.serdp.org/News-and-Events/Calendar/ASETSDefense-2011](http://www.serdp.org/News-and-Events/Calendar/ASETSDefense-2011)

**23-25 mars 2011, à Wels, AUTRICHE.**  
**Congrès IFHTSE 3rd conference on Heat treatment and Surface Engineering of Tools and Dies & European Conference on Heat Treatment 2011 : Quality in Heat Treatment.**

**29-31 mars 2011 à Nuremberg, ALLEMAGNE.**  
**European Coating Show 2011 (revêtements organiques, liants, adhésifs)**  
[www.european-coatings-show.com/en/](http://www.european-coatings-show.com/en/)



## CONGRÈS ET JOURNÉES A3TS

**Séminaire Européen organisé par l'AWT 29 et 30 avril 2010 à Aix La Chapelle "NITRIDING et NITROCARBURISING"**

Ce sujet cher à la communauté des traitements thermiques en Allemagne, confirmait son intérêt avec la participation de près de 200 personnes dont les 2/3 Allemands.

7 sessions ont été proposées. Une part importante reste consacrée aux fondamentaux : modes de croissance des couches de combinaison dans différents milieux et maîtrise des constantes d'équilibre en vue de modélisation et pilotage des procédés. Différentes présentations sont consacrées aux études d'alliages expérimentaux comme le fer silicium qui déboucheront sans doute sur la mise au point de nouveaux aciers. Les applications mécaniques ont été également abordés ainsi que les nitrurations des aciers inoxydables.

### Session 1 : Formation de la couche nitrurée

- Développement de la couche de combinaison durant la nitruration et la nitrocarburation. (A.J. Somers - UNIVERSITÉ DU DANEMARK).
- Nitrocarburation dans les mélanges gazeux ammoniac et hydrocarbures (acétylène et propène) étude sur fer pur, calcul des constantes d'équilibre et expérimentations. (Pedersen - UNIVERSITÉ DU DANEMARK).
- Influence de la composition du milieu et du potentiel carbone sur l'évolution de la couche de combinaison du fer alpha. (Woehler - MAX PLANCK Inst. STUTTGART).

### Session 2 : Mise en œuvre

- Etat de l'art des moyens de contrôle des nitrurations et nitrocarburations. (Winter - PROCESS ELECTRONIC GMBH, ALLEMAGNE).
- Utilisation des sondes lors de la nitruration gazeuse à base d'ammoniac, application au traitement des injecteurs diesel. (Lippmann - R.BOSH, TURQUIE).

### Session 3 : Applications

- Réponse de la nitruration et nitrocarburation aux sollicitations sur les matrices de forge des aciers. (Klümper-Westkamp - IWT BREME ALLEMAGNE).
- Nouvelles applications et performances des engrenages nitrurés par plasma pulsé. (Strobl - RUBIG AUTRICHE).
- Nitruration d'un alliage fortement allié X190CrMo26-4 obtenu par métallurgie des poudres. (Fuchs - ENGEL GMBH, AUTRICHE)

#### Session 4 : Mécanismes

- **Cinétiques de nitruration des alliages fer-silicium.**  
(Meka - MAX PLANK Inst. STUTTGART).
- **Comportement vis à vis de la nitruration des alliages Fe-Ti-Cr.**  
(Jung - MAX PLANK Inst. STUTTGART).
- **Formation d'un nouveau grain de ferrite durant la nitruration plasma d'alliages Fe à haute teneur en Cr.**  
(Miyamoto - IMS TOHOKU JAPON).

#### Session 5 et 7 : Process

- **Procédé de nitruration ASP "active screen plasma".**  
(Burlakov - TECH. UNIV. BERGADEMIE FREIBERG ALLEMAGNE).
- **Nitruration plasma et postoxydation, une éco solution à faible consommation de gaz et d'énergie.**  
(Georges - PLASMA METAL LUXEMBOURG).
- **Traitements de surface par voie gazeuse à basse température des aciers inoxydables.**  
(Thomas - UNIVERSITÉ DU DANEMARK).
- **Nitruration de précision des aciers inoxydables.**  
(Czelusniak - NTREX METAL GmbH).
- **Méthode de traitement en bain de sels permettant de former simultanément une couche nitrurée et oxydée.**  
(Yokoo - PARKER NETSUSHORI KOGYO Ltd, JAPON).
- **Nitruration d'alliages d'aluminium, constitution des couches.**  
(Dalke - UNIVERSITÉ DE FRIBOURG ALLEMAGNE).

#### Session 6 : Propriétés

- **Contraintes résiduelles induites par les précipitations lors de la nitruration, nouveaux développements.**  
(Jégou - thèse ENSAM) (Cf CR dans ce N°).
- **Etudes de la déformation par simulation numérique de cylindres nitrurés.**  
(Arimoto - ARIMOTECH Ltd JAPON).
- **Charges admissibles sur les engrenages nitrurés, étude des paramètres critiques intervenant sur la tenue des engrenages de transmission.**  
(Hoelm - UNIVERSITÉ DE MUNICH, ALLEMAGNE).
- **Prévision de la durée de vie en fatigue roulement d'éprouvettes nitrurées ou cémentées.**  
(Trausmuth - UNIVERSITÉ DE LOEBEN, AUTRICHE).
- **Effets de la morphologie de surface sur la tenue à l'usure et à la corrosion d'acier 42CrMo4 nitruré ou nitrocarburé post oxydé.**  
(Sola - UNIVERSITÉ DE MODENE, ITALIE)

#### Session 8 : Assurance qualité

- **Validation des fours et capabilité des procédés de nitruration et nitrocarburation.**  
(P. Sommer - DR. SOMMERS WERKSTOFFECHNIK GmbH, ALLEMAGNE).

## DU CÔTÉ DES LABORATOIRES

### INFLUENCE DES ÉLÉMENTS D'ALLIAGE SUR LA GÉNÈSE DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES D'ACIERS NITRURÉS.

Thèse soutenue par Sébastien JEGOU, le 4 décembre 2009  
à Art et Métiers ParisTech.

Les contraintes résiduelles ont pour origine les incompatibilités de déformations volumiques provenant des transformations en cours de traitement. Ces déformations sont directement liées aux cinétiques de diffusion-précipitation qui interviennent et notamment : la précipitation de nitrures d'éléments d'alliage à partir de la solution solide de la matrice ferritique ; la transformation des carbures en nitrures ; la décarburation de la surface ; l'enrichissement en carbone

du front de diffusion.

Une simulation du traitement de nitruration a été développée à partir de la diffusion d'azote et de carbone à l'équilibre thermodynamique grâce au logiciel Thermo-calc. Un calcul de la variation de volume accompagnant la précipitation est proposé. Les contraintes résiduelles de la matrice et macroscopiques sont déterminées à travers d'un modèle de micromécanique de transition d'échelle de type auto cohérent. Ce modèle confirme le rôle des cinétiques de transformations de phases, fonction des cinétiques de diffusion, sur l'évolution des contraintes de traitement. Ce modèle a été appliqué aux nuances Fe-3%Cr-0,354%C (synthétique) et 32CrMoV12-9 (industrielle).

Une description détaillée du traitement de nitruration est proposée et des règles et indications relatives à l'utilisation des éléments d'alliage sont proposées.

A noter que des travaux dérivés de cette thèse ont été présentés dans nos journées et en particulier au CIMATTS en Décembre 2009 et au Congrès d'Aix la Chapelle.

### DÉVELOPPEMENT DE MÉTHODES STATISTIQUES PROBABILISTES EN CORROSION PAR PIQÛRES POUR L'ESTIMATION DE LA PROFONDEUR MAXIMALE : APPLICATION À L'ALUMINIUM A5

Thèse soutenue par Adil JARRAH, le 8 décembre 2009.

Art et Métiers Paris Tech, Centre de Lille. Laboratoire de Génie des Matériaux.

La corrosion par piqûres est l'une des formes de corrosion les plus répandues. Elle touche tous les matériaux et se place dans un contexte économique très important. Elle peut se manifester à des endroits spécifiques de la structure et mener à sa détérioration en particulier en présence de sollicitations mécaniques. L'aspect stochastique du phénomène a conduit au développement de méthodes statistiques pour le caractériser. Cette caractérisation est souvent faite via l'estimation de la profondeur maximale des piqûres afin d'évaluer le risque de perforation de la structure. Pour cela, la méthode de Gumbel est l'approche la plus utilisée. L'objectif de ce travail a été de revenir sur la vérification des conditions d'application de cette méthode notamment l'indépendance et de la comparer avec les autres approches basées sur la loi des valeurs extrêmes généralisée et la loi de dépassement de seuil. La condition d'indépendance a été vérifiée à l'aide des processus spatiaux. Une adaptation de l'analyse spectrale en corrosion par piqûres a été aussi proposée. La comparaison entre les approches est basée sur des simulations numériques dont les paramètres sont issus de l'expérimentation.

### ÉVOLUTION DES MICROSTRUCTURES ET TEXTURES LOCALES PAR NITRURATION PLASMA DE L'ACIER 316L. RÉPERCUSSION SUR SA DURABILITÉ EN FATIGUE.

Thèse soutenue par Jean-Charles Stinville, le 20 avril 2010,  
à l'Ecole nationale supérieure de Mécanique et d'aérotechnique.

Le PHYMAT a développé un ensemble de dispositifs d'élaboration originaux utilisant des ions de basse, moyenne ou haute énergie ainsi que des plasmas qui permettent de modifier les propriétés de surface des matériaux massifs ou d'élaborer des revêtements. En particulier, il a été mis au point des procédés de nitruration utilisant des ions de basse énergie : implantation-diffusion d'azote basse énergie-flux élevé et de nitruration plasma permettant d'introduire à température modérée (300-400°C) des atomes d'azote en solution solide de très fortes concentrations (20-25at%) sur des profondeurs particulièrement importantes (3-20µm). En outre ce traitement a l'avantage de pouvoir traiter des formes complexes. Les résultats concernant la nitruration d'un acier inoxydable austénitique polycristallin de type 316L par ce procédé de nitruration plasma particulier ont permis de mettre en évidence différents phénomènes induits en surface. En particulier des effets importants de rotations cristallographiques des grains de surface ont été relevés conduisant à la création d'une texture de surface. Ces résultats ont été analysés à partir de mesures obtenues par EBSD sur de larges zones (LMPM). On montre notamment une tendance forte à la réorientation des grains

vers les directions <111> et <001>. Ce processus s'accompagne de plasticité sous la forme de bandes de glissement et a même localement pour conséquence des phénomènes d'endommagement. Ces processus sont en grande partie dus à la dilatation des grains de surface lors de l'insertion d'azote en grande concentration pendant le traitement. L'étude des systèmes de glissement activés a permis de remonter en partie aux sollicitations mécaniques en surface dues au traitement (contrainte de compression résiduelle, dilatation normale à la surface). Il a été montré que le « gonflement » est directement lié à l'orientation cristallographique des grains (couplage EBSD - profilomètre optique interférométrique du LMS). Les expériences de diffraction des rayons X réalisées au PHYMAT ont permis de connaître plus précisément la structure de la zone nitrurée. Du côté des propriétés mécaniques, on a pu mettre en évidence par des séries d'essais mécaniques de fatigue oligocyclique sous déformation plastique imposée (LMPM), une augmentation considérable des propriétés en fatigue (durée de vie multipliée par 3 fois sous forte déformation plastique imposée). Les nombreux essais menés au cours de l'année 2009 ont permis de montrer par leurs analyses que l'amélioration des propriétés en fatigue est directement liée aux contraintes de compression dans la couche nitrurée. Plus les contraintes de compression dans la couche sont élevées, plus la durée de vie en fatigue est importante. Ce résultat est remarquable en ce qui concerne la fatigue des aciers nitrurés. Le lien entre les modifications de la structure en surface du matériau et les conséquences sur l'amélioration en fatigue a été fait.

## INNOVATIONS

### ÉLIMINER LES DÉPÔTS DURS AVEC UN JET D'EAU

D'un intérêt écologique évident la technologie des jets d'eau sous pression a fait l'objet de nombreuses recherches au niveau du National Research Council (NCR) au Canada, et ceci depuis plus de 30 ans. Ces travaux ont conduit à l'essai d'une société, VLN, qui commercialise des systèmes de jets d'eau pulsés. Ces techniques permettent d'obtenir des pressions d'impact élevées par rapport à la pression nominale du système. Trois principes sont proposés par cette société :

- l'USG, procédé qui utilise la technique des ultrasons pour obtenir des jets d'eau de pressions d'impact supérieures à trois fois la pression de la pompe. Ce principe est utilisé avec profit pour l'élimination des dépôts, le nettoyage, l'ébavurage. La technologie des machines est simple et la pression d'impact modulable.
  - Le RFC (buses à flux de cavitation inverse) qui permet d'obtenir des phénomènes de cavitation dans un jet d'eau pulsé dans l'air. Cette technique peut avec profit être utilisée en version immergée (les taux de retrait de dépôt peuvent être doublés en version immergée avec des économies notables d'énergie et une meilleure productivité).
  - EDM ou Machine à décharge électrique, qui produit des pulses grâce à des électrodes placées dans la buse. Le plasma produit par la décharge induit des ondes de choc importantes. Cette technique est surtout utilisée pour la fragmentation des roches dans les industries minières. Ces technologies sont concurrentes des traitements sous jets d'eau à très haute pression.
- VLN Advanced Technologies Inc.  
<http://www.vln-tech.com>

### UNE COUCHE DE LAQUE CÉRAMIQUE TRANSPARENTE POUR PROTÉGER LES SURFACES MÉTALLIQUES

C'est ce que propose la société POLIGRAT avec son produit POLIANT®. Les couches formées ont des structures de type verre, elles résistent à la plupart des produits chimiques sauf

aux produits très alcalins et à l'acide fluorhydrique et supportent des températures élevées (jusqu'à 500°C).

Le revêtement est appliqué par pulvérisation ou trempage, suivi d'un séchage à une température inférieure à 200°C et il peut-être réparé localement. Son épaisseur peut atteindre 5µm.

<http://www.poligrat.fr>

### AUCUN SYMBOLE DE DANGER SUR L'ÉTIQUETTE DE CETTE PASSIVATION DE L'ACIER, DU ZINC ET DE L'ALUMINIUM

Utilisé pour la réalisation de prétraitement avant peinture ou dépôts de poudres et la passivation, le SurTec® 609 a été développé comme traitement alternatif aux phosphatations.

Le procédé est exempt de Zinc, de Manganèse, de nickel, de phosphate et de nitrite et il ne contient aucun agent mutagène. Basé sur l'utilisation du chrome trivalent, il produit une couche de conversion qui possède les propriétés des céramiques sans pourtant être constituée d'une dispersion de nanoparticules.

La couche de couleur jaune obtenue permet un bon contrôle visuel du traitement.

<http://www.surtec.com/IndexE.html>

### UNE SUPERFINITION À TEXTURE ISOTROPE

Obtenu par la combinaison de procédés d'usinage de finition à grande vitesse et de traitement chimique, cette super finition conduit à l'obtention de surfaces microtexturées particulièrement intéressantes dans le cas des engrenages et roulements. L'état de surface obtenu améliore les propriétés de rétention d'huile sur la surface et la durée de vie des composants. Cette super finition, commercialisée par la société REM Surface Engineering, peut être utilisée pour la réparation de pièces endommagées superficiellement par micropitting, corrosion ou fretting-corrosion et ceci même sur des pièces nitrurées ou cémentées.

[www.remchem.com](http://www.remchem.com)

### UN TRAITEMENT POUR FAVORISER L'AUTOPROTECTION DES ALLIAGES

Le procédé Minimox™ consiste en l'application par immersion, aspersion ou brossage d'une solution contenant des nanoparticules en suspension. Le revêtement ainsi formé n'est pas actif par lui-même, il va en revanche influencer la formation d'oxydes qui seront de nature différente, en composition chimique et structure, de celle du même matériau non traité par ce procédé. Le chauffage à l'air conduira à l'obtention d'une fine couche d'oxyde dense et très adhérente. Les applications de ce procédé sont principalement : la tenue à l'oxydation à chaud d'aciers inoxydables et réfractaires, la limitation des phénomènes de poudrage, l'amélioration de la résistance à la corrosion des aciers inoxydables et des alliages d'aluminium.

[www.minimox.com](http://www.minimox.com)

## REVUE DE PRESSE

**Des propriétés cosmétiques exceptionnelles, les revêtements nickel-phosphore avec finition noire homogène proposé par Mac Dermid.**

*GALVANO-ORGANO N°796 octobre 2010.*

La société Mac Dermid présente les dépôts de nickel chimique (nickel-phosphore) Nicklad ELV à haut phosphore (10 à 13%) présentant une bonne tenue à la corrosion pouvant aller jusqu'à 1000H en BS pour de fortes épaisseurs (50 à 75 µm) et à bas phosphore (1 à 5%) pour la dureté.

Les traitements duplex : sous-couche haut phosphore et sous couche superficielle bas phosphore permettent d'associer les deux propriétés. La couche bas phosphore est apte à la coloration noire dans un bain qui conduit à la formation d'oxydes noirs NiO et Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Cette coloration est recherchée pour des raisons cosmétiques et lors de la recherche de revêtements à faible réflexion de la lumière (applications matériels de la défense). Les procédés sont commercialisés sous le nom de Nicklad Eclipse.

## LIMITES D'UTILISATION DES REVÊTEMENTS D'ÉTAIN.

**Mélanie Bordignon.**

*GALVANO-ORGANO N°795 septembre 2010.*

Etude issue d'un travail de thèse sur la fiabilité des revêtements d'étain utilisés en connectique grandement utilisés dans l'industrie automobile. Les revêtements sur substrat de cuivre se dégradent par la formation d'intermétalliques  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  à l'ambiante et  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  à partir de  $60^\circ\text{C}$  qui affectent la conductivité. Des sous couches de nickel sont parfois utilisées ou l'étain est remplacé par de l'or. L'étude porte sur le vieillissement de ces revêtements et notamment sur le rôle du substrat (alliages de cuivre), l'effet du zinc a été mis en évidence ainsi que sur les comportements dynamiques (effet joule, corrosion de contact). La conclusion est de limiter l'emploi de ces revêtements à  $125^\circ\text{C}$  ( $85^\circ\text{C}$  de température d'utilisation +  $40^\circ\text{C}$  attribué à l'effet Joule) au delà il convient de remplacer l'étain par l'or.

## FORMATION DE CYANURE DANS UN BAIN DE Zn/Ni ALCALIN.

**Dr B. Sonntag, Dr B. Dingwerth and all. ATOTECH.**

*GALVANO-ORGANO N°795 septembre 2010.*

Etude de la formation de cyanure pendant l'électrolyse, entre 7 et 10 mg/Ah, se stabilisant entre 250 et 800mg/L. Cette formation est due à l'oxydation anodique des composants du bain. En plus de l'aspect pollution le cyanure affecte la qualité du dépôt en réduisant la teneur en nickel du revêtement ou en obligeant à augmenter la concentration en nickel du bain. La formation de cyanure peut être évitée en employant des anodes à membrane qui empêchent la dégradation des additions organiques de l'électrolyte. On peut également l'éliminer avec un système d'échangeur d'ions qui extrait le cyanure des électrolytes.

## NOUVEL ÉLECTROLYTE Pd-Ni SANS AMMONIAQUE NI CHLORE.

**S. Berger, U. Mannz, F. Oberst UMICORE**

*GALVANO-ORGANO N°795 septembre 2010.*

Ces revêtements sont utilisés en connectique pour remplacer l'or de haute dureté. Les bains classiques à base de complexes ammoniacaux représentant un danger potentiel pour la santé des personnels. Palluna ACF-100 est un électrolyte à haute vitesse sans ammoniac ni chlorures. Les propriétés des revêtements obtenus sont décrites.

## DÉVELOPPEMENT DU LOGICIEL FORGE 3 EN COLLABORATION AVEC L'INDUSTRIE.

**J.L. Chenot CEMEF.**

*LA FORGE N°42 octobre 2010.*

Les étapes du développement de ce logiciel sont rappelées. Les conclusions et perspectives sont de répondre aux prédictions de microstructures dans la pièce, l'estimation des propriétés finales, le couplage intégré avec un calcul de structure en transférant les résultats du calcul d'une étape à l'autre pour analyser la tenue de la pièce, sa résistance au choc et à la fatigue, l'optimisation globale de l'ensemble des opérations de chauffage, forgeage, traitement thermique, usinage, traitement de surface, en fonction des résultats du calcul de structure.

## 10 ANS D'ÉVOLUTION DES ACIERS POUR FORGE - QUOI DE NEUF POUR LE SIDÉRURGISTE ?

**G. Baudry, P. Daguier, T. Sourmail ASCOMÉTAL CREAS.**

*LA FORGE N°42 octobre 2010.*

Cette évolution répond à des attentes économiques, écologiques et techniques. Le rôle des éléments d'alliage est rappelé. Les nuances ferrito-perlitiques micro-alliées permettent d'atteindre des résistances de 850 à 1000 MPa, les nuances bainitiques pour des caractéristiques plus élevées. Des nuances ont été développées par application : vilebrequins galetés, boulonnerie, cémentation BP.

## IMPORTANCE DU TEMPS $t_{107}$ POUR LE TRAITEMENT DES ACIERS FORTEMENT ALLIÉS.

**(H. Berns - Die Bedeutung der  $t_{107}$  Zeit für die Wärmebehandlung hochlegierter Stähle. Texte en allemand).**

Le temps de refroidissement entre  $800^\circ\text{C}$  et  $500^\circ\text{C}$ , c'est à dire le  $t_{8/5}$  conditionne le durcissement dans la mesure où il permet

d'éviter précipitation de la perlite dans les aciers peu alliés. Par comparaison, les aciers fortement alliés qui possèdent une très forte trempabilité sont l'objet de précipitations de carbure dans le domaine de température compris entre  $1000$  et  $700^\circ\text{C}$  qui peuvent conduire à une diminution des propriétés. Des exemples pris parmi les aciers martensitiques, austénitiques et ferritiques démontrent que la dureté, la ténacité ou la résistance à la corrosion peuvent être réduites lorsque le temps  $t_{107}$  augmente. *HTM 4 /2010, vol 65, p182.*

## ÉLÉMENTS INTERSTITIELS DANS L'ACIER : EFFET SUR LA STRUCTURE ET LES PROPRIÉTÉS.

**(INTERSTITIAL ELEMENTS IN STEEL : EFFECT ON STRUCTURE AND PROPERTIES).**

**V. Gavriljuk, B. Shanina. (Texte en anglais).**

La distribution atomique, la stabilité thermodynamique des solutions solides et les propriétés des dislocations dans l'acier sont discutées par rapport à l'effet du carbone, de l'azote et de l'hydrogène sur la structure électronique du fer. Il est ainsi démontré que l'azote et l'hydrogène accroissent l'état de densité électronique au niveau de Fermi. Ce qui conduit à un renforcement du caractère métallique de la liaison interatomique, alors que le carbone agit dans la direction inverse et tend à renforcer les liaisons covalentes. Quelques aspects remarquables du comportement mécanique des aciers austénitiques comportant du carbone, de l'azote et de l'hydrogène sont analysés sur la base des similarités et différences de la structure électronique.

*HTM 4 /2010, vol 65, p189.*

## CORROSION D'ACIERS À OUTILS INOXYDABLES OBTENUS PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES. INTERPRÉTATION DES COURBES DENSITÉ DE COURANT POTENTIEL DANS LES ENVIRONNEMENTS ACIDES. (CORROSION OF STAINLESS PM TOOL STEELS. INTERPRETATION OF CURRENT DENSITY POTENTIAL CURVES IN ACID ENVIRONMENTS).

**S. Huth, H. Hill, W. Theisen. (Texte en anglais)**

Pour l'évaluation de la résistance à la corrosion des matériaux métalliques, la méthode de mesures des courbes densité de courant potentiel en milieu acide est largement utilisée. Ces courbes sont habituellement exploitées en prenant en compte la densité de courant dans la zone passive, le maximum de densité de courant du pic actif et la longueur de la zone passive. Les aciers inoxydables pour le travail à froid ont un comportement qui pousse cette approche à ses limites. Ainsi une évaluation plus détaillée est nécessaire pour utiliser les courbes de tels matériaux multiphasés. Dans cet article, il est procédé à une analyse de la progression de la courbe en relation avec les phénomènes de corrosion à l'état microscopique en vue d'une meilleure compréhension des données expérimentales. *HTM 4 /2010, vol 65, p195.*

## RÉSISTANCE À LA CORROSION DES COMPOSITES À MATRICE MÉTALLIQUE.

**(KORROSIONSBESTÄNDIGEMETALL-MATRIX-COMPOSITE).**

**S. Siebert, W. Theisen, H. Hill. (Texte en allemand).**

Les composites à matrice métallique à base fer, nécessitent des concepts d'alliage particulier pour satisfaire aux exigences d'une tenue satisfaisante à la corrosion. Les MMC à base nickel ou cobalt possèdent intrinsèquement un bon comportement vis-à-vis de la corrosion. Leur désavantage réside dans la résistance limitée de la matrice métallique qui ne peut être renforcée que par durcissement par précipitation ; l'effet de durcissement martensitique des bases fer étant notamment plus performant. Les différents concepts visant à un accroissement de la résistance à la corrosion des MMC à base fer sont discutés dans l'article avec une attention particulière sur leur efficacité et leurs limitations. *HTM 4 /2010, vol 65, p201.*

## DÉFORMATIONS D'ACIERS FAIBLEMENT ALLIÉS (VERZUGSARME WÄRMEBEHANDLUNG NIEDRIGLEGIERTER WERKZEUGSTÄHLE).

**H.W. Zoch, Th Lübber. (Texte en allemand).**

La maîtrise des déformations au cours de la fabrication des pièces métalliques est un challenge qui préoccupe les chercheurs

depuis de nombreuses années. Toutefois les réalisations ont été limitées à des aspects spécifiques du problème. Les solutions globales n'ont pas abouti à cause de la complexité du problème. Le centre de recherche collaboratif « Distorsion engineering » fondé en 2001 par DFG (Deutsche Forschungsgemeinschaft) a suivi une nouvelle approche globale puisqu'elle prend en compte l'ensemble de la chaîne de fabrication mais basée sur des géométries simples. L'article présente l'étude d'un anneau en SAE 52100 (100Cr6). Quelques aspects de compréhension des déformations et l'influence des paramètres : géométrie, conditions d'austénitisation et de trempe sont présentés. *HTM 4 /2010, vol 65, p209.*

#### **NOUVEAUX MATÉRIAUX POUR LES MOULES DE FONDERIE.**

*(NEUERE WERKZEUGWERKSTOFFE FÜR DAS DRUCKGIESSEN).*

**F. WENDL.** (Texte en allemand).

L'article décrit la formation de fissures par fatigue thermique des moules. Sous cet aspect, les déformations plastiques des régions superficielles et les constituants de la microstructure primaire et secondaire (inclusions non métalliques, carbures) sont d'une importance particulière. Dans un second temps, l'auteur s'intéresse aux concepts d'alliage qui conduisent à l'augmentation des niveaux de résistance à chaud et de la ténacité de façon à améliorer la durée de vie en fatigue thermique des moules. *HTM 4 /2010, vol 65, p219.*

#### **ROULEMENTS PRODUITS À PARTIR D'ACIERS TRÈS ALLIÉS.**

*(WÄLZLAGER AUS HÖHER LIGIERTEN STÄHLEN).*

**PAR W. TROJAHN.** (Texte en allemand).

Dans de nombreuses applications, les conditions de service sont telles que l'acier classique 100Cr6 n'est pas en mesure de résister suffisamment. L'article donne des exemples d'applications d'aciers très alliés utilisés dans des conditions de température de service élevées et d'ambiances corrosives. Ces nuances permettent également de réduire la taille des roulements. *HTM 4 /2010, vol 65, p225.*

#### **DÉVELOPPEMENT ASSISTÉ PAR ORDINATEUR D'ACIERS HAUTEMENT ALLIÉS POUR APPLICATIONS DANS L'HYDROGÈNE.**

*(COMPUTER ASSISTED DEVELOPMENT OF HIGH ALLOYED STEELS FOR HYDROGEN APPLICATIONS)*

**S.WEBER, M. MARTIN, W. THESEN.**

L'hydrogène est appelé à jouer un rôle important dans le stockage de l'énergie et l'automobile. Presque tous les matériaux métalliques subissent au contact d'hydrogène gazeux ou dissous, un effet connu sous le nom de fragilisation par l'hydrogène. Pour le stockage dans l'industrie automobile, les problèmes spécifiques ne concernent pas le réservoir mais plutôt les accessoires liés : tubes, alimentations... Ces éléments sont habituellement en aciers austénitiques, par exemple 316L, avec des hautes teneurs en Ni pour assurer un niveau de fragilisation acceptable. L'article décrit la mise en œuvre des calculs thermodynamiques qui sont appliqués pour favoriser la mise en œuvre d'acier contenant moins de nickel. L'influence de la stabilité de l'austénite est discutée et l'effet des ségrégations est mis en lumière. *HTM 4 /2010, vol 65, p230.*

#### **RÉPONSE À LA NITRURATION DES ALLIAGES FERRITIQUES FE-TI-CR.**

*(NITRIDING RESPONSE OF FERRITIC FE-TI-CR ALLOYS).*

**K.S JUNG, R.E. SCHACHERL, E. BISCHOFF, E.J MITTEMEIJER.** (Texte en allemand).

Des échantillons d'alliages base Fe-Ti-Cr contenant un total de 0.3 atomes% d'éléments d'alliage Ti et Cr avec des rapports

variables Ti/Cr (0,45, 0,87 et 1,9) ont été nitrurés dans une atmosphère  $NH_3/H_2$  à 580°C. La microstructure de la zone nitrurée a été étudiée par diffraction de rayon X et microscopie électronique en transmission. Des platelets de nitrures (longueur <30nm et épaisseur  $\geq$  à 1nm) se développent dans la zone nitrurée. Particulièrement et clairement pour les plus grands rapports Ti/Cr, une ferrite distordue tétraogonalement se développe près de la ferrite cubique, comme cela est mis en évidence par la diffraction de rayons X et le MET. L'absence de taches de diffraction séparées TiN et CrN dans les zones sélectionnées des profils de TEM suggère le développement de précipités de nitrures mixtes  $Ti_xCr_{1-x}N$ . Les précipités obéissent à une relation de bain avec la matrice ferritique. *HTM 5 /2010, vol 65, p237.*

#### **INFLUENCE DU POTENTIEL CHIMIQUE DU CARBONE SUR L'ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE ET DE LA COMPOSITION DE LA COUCHE DE COMBINAISON DÉVELOPPÉE LORS DE LA NITROCARBURATION DE FER A.**

*(INFLUENCE OF THE CHEMICAL POTENTIAL OF CARBON ON THE MICROSTRUCTURAL AND COMPOSITIONAL EVOLUTION OF THE COMPOUND LAYER DEVELOPING UPON NITROCARBURIZING OF A-IRON).*

**T. WOHRLE, A. LEINWEBER, E.J. MITTEMEIJER.**

(Texte en anglais).

Des expériences de nitrocarburation contrôlées ont été conduites à 823K et 853K de façon à étudier systématiquement l'influence des potentiels chimiques du carbone et de l'azote, imposés par des mélanges  $NH_3/H_2/CO/CO_2/H_2O$ , sur la microstructure et l'évolution de la composition de couche de combinaison de substrats en fer pur  $\alpha$ . L'évolution morphologique de la couche de combinaison a été étudiée par microscopie optique. La concentration et les profils des couches ont été déterminés par microanalyse (EPMA). La cinétique de croissance des couches a été analysée sur la base des mesures de la couche de combinaison. Pour un potentiel chimique fixé d'azote, les recherches ont montré que la cinétique de croissance de la couche dépendait fortement du potentiel chimique du carbone. *HTM 5 /2010, vol 65, p243.*

#### **NITROCARBURATION GAZEUSE D'ACIERS EN VUE DE PRODUIRE UNE COUCHE DE COMBINAISON À FAIBLE POROSITÉ POUR LE MICRO-USINAGE UTILISANT LES OUTILS DIAMANT.**

*(GASNITROCARBURIEREN VON STÄHLEN ZUR ERZEUGUNG DICKER UND PORENARMER VERBINDUNGSSCHICHTEN FÜR DIE MIKROZERSPANUNG MIT DIAMANTWERKZEUGEN).*

**J. DONG, F. HOFFMANN, S.HOJA, H.KLÜMPER-WESTKAMP, H.-W.ZOCH.** (Texte en allemand).

Le micro-usinage est une méthode d'usinage pour la fabrication de composants de très haute précision en qualité optique utilisant des outils en diamant monocristalin. Le micro-usinage des aciers n'est à ce jour pas économiquement viable parce qu'il entraîne une usure chimique importante des outils en diamant. Une voie pour résoudre le problème consiste à modifier la couche superficielle des aciers par nitruration ou nitrocarburation. Cela conduit à la formation d'une couche de combinaison qui permet un usinage avec une réduction de l'usure du diamant. La couche de combinaison doit être développée en vue de l'usinabilité. Une couche épaisse à faible porosité semble parfaitement souhaitable. Plusieurs procédés de nitrocarburation ont été mis en œuvre sur un acier de type 42 CrMo4. Les couches générées ont été caractérisées par métallographie. Les auteurs expliquent à l'aide des expérimentations, comment les paramètres du process influencent la formation de pores dans la couche de combinaison. *HTM 5 /2010, vol 65, p249.*

Comité de rédaction : C. Leroux, C. Tournier, A. Viola.



Association de Traitement Thermique et de Traitement de Surface

71 Rue La Fayette 75009 Paris

Tél. : 01 45 26 22 35 - 01 45 26 22 36 - Fax : 01 45 26 22 61

www.a3ts.org - Email : a3ts@a3ts.org