



EDITO

par Frédéric RAULIN

Membre du Conseil d'Administration A3TS

LES COMMISSIONS TECHNIQUES A3TS AU CŒUR DE L'INFORMATION

L'information technique fiable et vivante est une nécessité vitale pour les entreprises. Cette richesse est cependant difficile à acquérir car l'évolution du monde industriel est de plus en plus rapide : les réglementations et les techniques évoluent rapidement ; les hommes changent de postes voire de carrières en s'adaptant aux réalités du moment et en emportant avec eux leur expérience. La nécessité de recherche perpétuelle d'informations par nos ingénieurs et techniciens et leur déconnection de réseaux d'experts les amènent

à se retrancher sur les informations qu'ils trouvent sur internet pour se faire un avis.

La volonté de valoriser les acquis de nos métiers nécessite de faire régulièrement un inventaire des techniques afin de maintenir un bon niveau d'information de nos équipes. Le maintien de ce niveau d'information des forces vives de l'industrie passe aussi par des programmes de formation et par la maîtrise de l'information diffusée par les encyclopédies libres ou privées en ligne. Afin de ne pas subir l'information de ces medias nous devons donc adopter une habitude proactive et de veille pour donner de la crédibilité et une reconnaissance à nos métiers.

Les commissions de l'A3TS permettent de constituer, sur des sujets donnés, des réseaux d'experts dont les travaux se traduisent par : la rédaction de fiches techniques métiers et de comptes rendus ; la conception de programmes de conférences ou de formation ; la diffusion de publications et la participation à des réunions d'échange. Tous ces éléments alimentent les sources internet et contribuent à promouvoir une information fiable. Ce réseau d'experts est aussi une réalité vivante, ouverte et accessible.

Le succès actuel de la commission Aluminium témoigne de l'intérêt de cette démarche, il a conduit notre Association à créer deux nouvelles commissions, l'une sur le frottement et l'usure, l'autre dédiée aux traitements de surface des composants en acier. Nous leur souhaitons bon vent et nous ne manquerons de vous tenir informés dans nos colonnes de leurs travaux.

INFOS TECHNIQUES

COMBINED TREATMENTS TO IMPROVE SURFACE PROPERTIES

EUROPÉAN CONFERENCE
des 22 et 23 mars 2012
à STRASBOURG

EUROPEAN CONFERENCE
A3TS / AWT / AIM / SVW-ASTT / VWT / ASMET / ATZK

**COMBINED TREATMENTS
TO IMPROVE SURFACE
PROPERTIES**

22 and 23 march 2012
Palais des Congrès de STRASBOURG



Organized by **A3TS**
www.a3ts.org

Plus de 100 participants se sont retrouvés au palais des congrès de Strasbourg pour la conférence européenne organisée conjointement par les associations A3TS (France), AWT (Allemagne,) AIM-ASTT (Suisse), VWT (Benelux), ASMET (Autriche), ATZK (République Tchèque), relayées par l'IFHTSE. Ils venaient des différents pays organisateurs avec une majorité de Français et d'Allemands. Le sujet choisi « traitements combinés pour améliorer les propriétés des surfaces » ouvrait un assez large spectre de solutions et d'approches révélées par le programme. Il contribuera à mettre en exergue le rôle primordiale de l'extrême surface à un niveau insoupçonné il y a encore peu de temps sur le comportement des matériaux métalliques.

Après une allocution d'introduction par le président A3TS Pierre Bruchet et de Robert Wood représentant l'IFHTSE, la conférence plénière intitulée « Combined coating » fut prononcée par le professeur Erich Bergmann, spécialiste reconnu des procédés de revêtements des surfaces par les technologies PVD.

Sa conférence fut consacrée dans la première partie à une étude réalisée dans le cadre du 7^{ème} programme de recherche européen, sur l'effet de la qualité nanométrique de la surface sur la tenue à la corrosion de plaquettes en acier 100Cr6 revêtues de couches de 50 nm d'alumine et Ta205 déposées par une technique ALD (Atomic Layer Deposition) ou FCAD (Filtered Cathodic Arc Deposition). La préparation avant dépôt est importante car à l'issue de la rectification, les rugosités créées s'accompagnent de bavures et replis dans lesquels s'incrusteront des polluants. La présence de la couche de Beilby et d'une couche oxydée est une source possible de défauts d'adhérence et de croissance des couches minces déposées. Différentes solutions de préparation avant dépôt peuvent intervenir, par voie mécanique: par sablage fin, par brossage (brushing) tonnelage, rotofinition, par voie plasma : sous argon, hydrogène, azote. L'efficacité de la préparation est mesurée par des essais au brouillard salin, des contrôles de porosité des revêtements par mesure du potentiel électrochimique par le tracé de la courbe tension-intensité et mesure d'impédance.

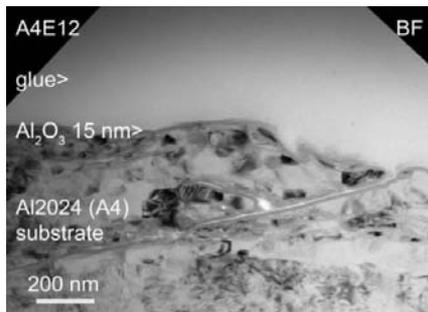


Fig. 1 Ce cliché présentant une couche de 15 nm d'alumine déposée sur une surface rectifiée d'un substrat en Al 2024, illustrant l'importance des préparations : la mauvaise qualité de la rectification a provoqué des bavures qui se sont repliées créant des écarts d'une profondeur de l'ordre de 40nm. Cette bavure s'est trouvée durcie par la déformation plastique. Une particule abrasive provenant de la meule de rectification a été également incorporée dans la bavure. La couche d'alumine déposée par PEALD couvre complètement tous ces défauts.

Le sablage n'a pas d'action significative sur la tenue à la corrosion selon l'importance de la rugosité produite, il augmente la porosité du revêtement. Le polissage par brossage permet d'éliminer la couche de beilby et les bavures. L'importance du conditionnement préalable de la surface est révélée lors de l'essai au brouillard salin effectué sur des échantillons en acier 100Cr6 revêtus d'une couche d'alumine / Ta205 dépassivés préalablement par plasma H₂-Ar. Dans le cas d'une préparation par rectification seule des points de corrosion apparaissent après 2 h, alors que ceux-ci n'apparaissent qu'après 4 h sur les échantillons préparés par rectification suivi d'un polissage. Ce résultat est en relation avec le taux de porosité variable selon la préparation. La tenue à la corrosion de couches d'alumine/ Ta205 est en relation avec la préparation de surface qui doit éliminer les rugosités et bavures responsables des soufflures ou bulles, la couche de pollution carbonée en extrême surface de l'acier et la couche d'oxyde. Le polissage est efficace pour éliminer les défauts tels que des bavures sous-microscopiques. Il est nécessaire avant revêtement PVD, il ne l'est pas pour le procédé ALD. L'élimination de la couche carbonée peut être obtenue par brossage ou par un décapage sous plasma d'hydrogène. Les 2 méthodes produisent des résultats équivalents mais non cumulatifs. Le décapage ionique ou la dépassivation par plasma d'argon sont inefficaces. L'élimination de la couche d'oxyde peut être obtenue par polissage ou par décapage ionique ou plasma d'Ar. Ils améliorent la qualité des revêtements ALD et sont nécessaires pour les revêtements PVD. Le prétraitement par plasma d'hydrogène ne doit pas affecter la couche d'oxyde. Une couche ultrafine (10nm) en sous couche obtenue par FCAD est une voie efficace pour éliminer les effets des couches composites dans le cas d'une déposition ALD.

Dans la seconde partie, différents résultats industriels sont présentés, ils montrent l'efficacité de la tenue en service d'outillages de mise en forme et/ou découpe, des traitements DUPLEX associant nitruration et revêtements PVD avec une performance accrue lorsque le revêtement est de type multicouches.

En conclusion, l'auteur distingue deux catégories de traitements combinés répondant à 2 objectifs : optimisation des opérations entre phases et multifonctionnalité. Dans le cas d'une multifonctionnalité par combinaisons de traitements, les traitements additionnels sont destinés à apporter des fonctions complémentaires avec des synergies possibles. L'optimisation des opérations d'interphases commence par l'observation que les surfaces issues de l'usinage présentent différentes morphologies, structures et compositions différentes du cœur du matériau avec le plus souvent de moins bonnes propriétés mécaniques. L'optimisation des opérations entre phases est un concept qui doit conduire à éliminer toute altération de la surface. Les traitements mécaniques et tout particulièrement les traitements thermo-chimiques sous plasma sont des outils excellents pour améliorer la résistance de la surface dans les zones qui doivent être revêtues.

Les conférences qui suivent peuvent être classées dans les différents domaines suivants :

1. L'effet d'un grenailage de surface sur les propriétés mécaniques superficielles et massives ainsi que sur le processus de réactions thermo-chimiques.

Les procédés d'affinement du grain par un intense grenailage superficiel ont un rôle de renforcement mécanique par durcissement des matériaux les plus mous comme les aciers inoxydables austénitiques, par création de contraintes en compression notamment après traitement thermique. Le développement le plus remarquable de ces dernières années est la mise à profit de cette opération pour obtenir une amélioration de l'attrition vis-à-vis des traitements thermo-chimiques comme la nitruration assistée plasma des aciers austénitiques. Le grenailage est le plus souvent dans ce cas réalisé par mise en mouvement du projectile par action d'ultrasons.

2. Les structurations 3D des surfaces avant, pendant ou après traitement ou revêtement.

On connaissait l'utilisation des macrostructurations des surfaces des pièces métalliques afin d'agir sur la ventilation des surfaces et la circulation des fluides. Ce concept est maintenant développé à une échelle micrométrique voire nanométriques en structurant les surfaces à l'aide de mécanismes localement différenciés lors de nitrurations sous plasma ou encore par laser ou faisceau d'électrons avant ou après un revêtement de type DLC.

3. Les faisceaux à haute énergie (laser, faisceau d'électrons) comme moyen de modification de la surface avant ou après un traitement thermo-chimique avec un éventuel apport de matière pour provoquer un alliage de surface comme sur les alliages d'aluminium pour lesquels des solutions d'amélioration des performances tribologiques sont recherchées.

4. Les traitements duplex : nitruration + dépôt(s), cémentation + nitruration, nitrurations + oxydation, traitement ou état métallurgique préalable + nitruration. Ces solutions éprouvées font cependant l'objet de nouveaux développements et études de leurs performances. La réalisation dans un même réacteur de la nitruration sous plasma et du dépôt (tel que le DLC) est une possibilité avantageusement exploitée.

5. L'offre dans les domaines des PVD et PECVD. Les principaux acteurs industriels sont venus présenter leurs produits avec leurs performances, chacun d'entre eux avec ses spécialités : Bodycote pour les nitrocarburations post-oxydées ; Ion Bond pour sa gamme de DLC ; Oerlikon Balzers pour sa gamme de dépôts PVD multicouches ; Rübigen pour son procédé de nitruration plus dépôt PECVD dans le même réacteur ; HEF Techniques Surfaces pour ses revêtements DLC nanostructurés par laser ; IREPA Laser pour ses dépôts associant projection thermique et refusion laser.

Sont repris ci-après les résumés des différentes conférences présentées :

1. Effet d'un grenailage de surface sur les propriétés mécaniques superficielles et massives ainsi que sur le processus de réactions thermo-chimiques.

Plusieurs présentations ont été consacrées à l'influence du grenailage (peening) sur les propriétés et sur le comportement lors de l'application d'un traitement superficiel ultérieur (nitruration et/ou dépôt).

Un grenailage contrôlé et intense de la surface modifie la taille des grains avec développement de contraintes de compression et augmentation de la dureté. Ces effets sont industriellement exploités depuis plusieurs années comme moyen de renforcement des pièces mécaniques. La nouveauté est l'effet sur le mécanisme de réaction thermo-chimique notamment en nitruration.

L'effet mécanique est de nouveau confirmé par la communication de **PSA (J. Grunewald)** sur l'application aux engrenages de boîtes de vitesses préalablement carbonitrurés.

Les gains suivants apportés par le shot peening sont constatés : les contraintes résiduelles de surface passent de $-200 / -300$ Mpa à $-800 / -1000$ MPa, la tenue à la fatigue superficielle est améliorée de 23% et l'écaillage superficiel réduit de 80%. La tenue en fatigue flexion est augmentée de 15%. L'optimisation du grenailage a permis sur les boîtes de vitesses, un gain de poids de 15% et un gain sur les coûts de 20%. (Fig. 2, 3 4.)

Plusieurs interventions ont été consacrées à cet aspect amélioration des mécanismes de diffusion thermo-chimiques. Plusieurs auteurs associent à leur présentation les nano ou micro structurations géométriques des surfaces via différents procédés : plasma appliqués sur des grilles, utilisation d'un faisceau laser.

Dans la présentation du **Procédé NanoPeening développé par Winoa (T. Prézeau)**, le grenailage intense et contrôlé appliqué sur des nuances d'aciers inoxydables austénitiques (304L, 316L), d'aciers de nitruration (32CrMoV12), d'acier d'outillage pour travail à chaud (X35CrMoV5) permet d'améliorer la nitruration en terme d'optimisation du temps de traitement, de qualité de la structure obtenue (absence de précipitation de réseaux de carbonitrures).

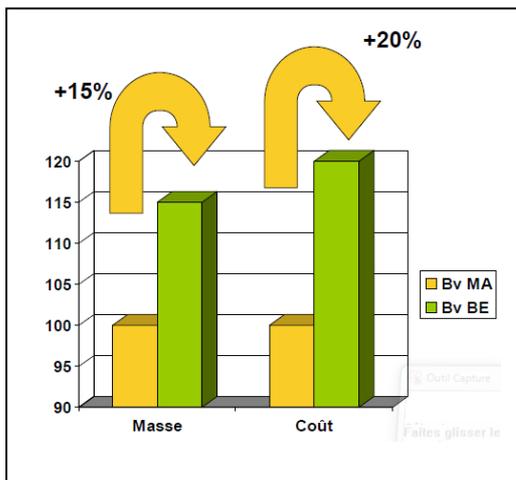


Figure 2 Gains de poids et de coût apporté par le grenailage (PSA)

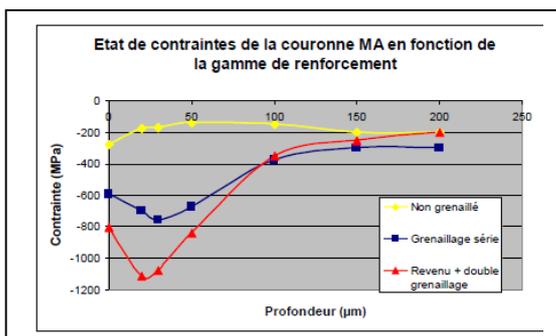


Figure 3 Effet du grenailage sur les contraintes

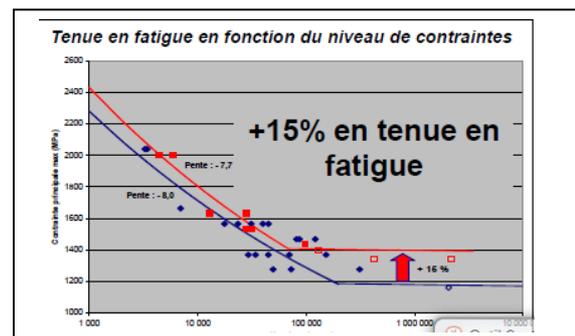


Figure 4 Effet du grenailage sur la fatigue

Cette opération apporte également une amélioration sur les résultats de cémentation et carbonituration basse pression. (Fig. 5 et 6)

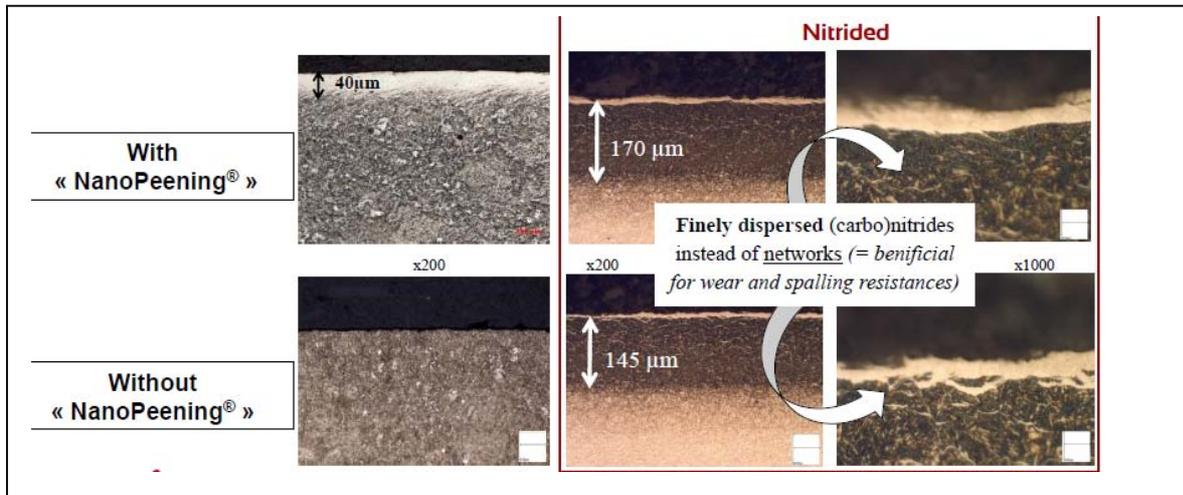
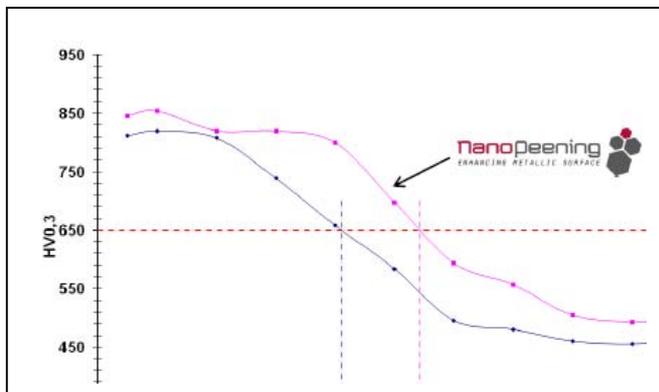


Figure 5 Effet du NanoPeening sur la nitruration sur acier X38CrMoV5



Pièces traitées : pignons en acier 23MnCrMo5 et 20MnCr5. Carbonituration sous BP (four ECM) pour obtenir 0,4 à 0,6 mm à 650HV. Diffusion à 830°C – 1h30. Trempe azote 15 bar

Profondeur + 31,7 %

Dureté à 0,1mm + 4%

Absence de réseaux de carbonitrides

Gains de teneurs en carbone et azote

Figure 6. Effet du NanoPeening sur la carbonituration basse pression

Le **Procédé SMAT** (*Surface Mechanical Attrition Treatment*) (**D. Retrait, UTT**) mettant en œuvre un grenailage de type ultrasonore qui appliqué sur des matériaux comme l'acier inoxydable austénitique 316L permet sans autre opération d'augmenter de 80% la résistance à la fatigue en flexion plane. L'auteur présente des résultats obtenus sur un alliage Ti 6Al 4V associant SMAT et nitruration ionique à 375 et 730°C, ainsi que sur un acier 38CrMoAl6 nitruré 30h à 400°C. Le procédé associant SMAT et nitruration conduit à une amélioration de la diffusion d'azote, une amélioration de la résistance à l'usure et des états de surface obtenus par rapport au métal non traité ou seulement nitruré. (fig.7)

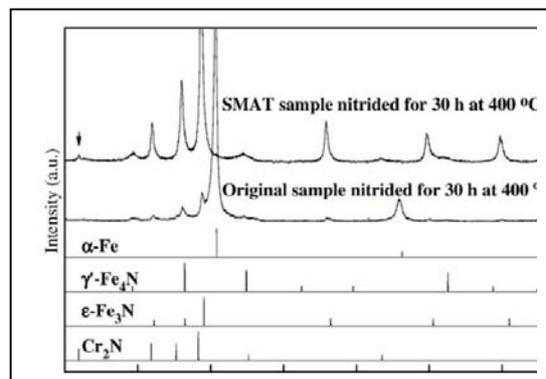
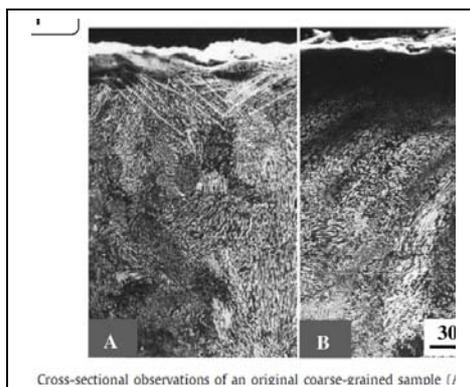
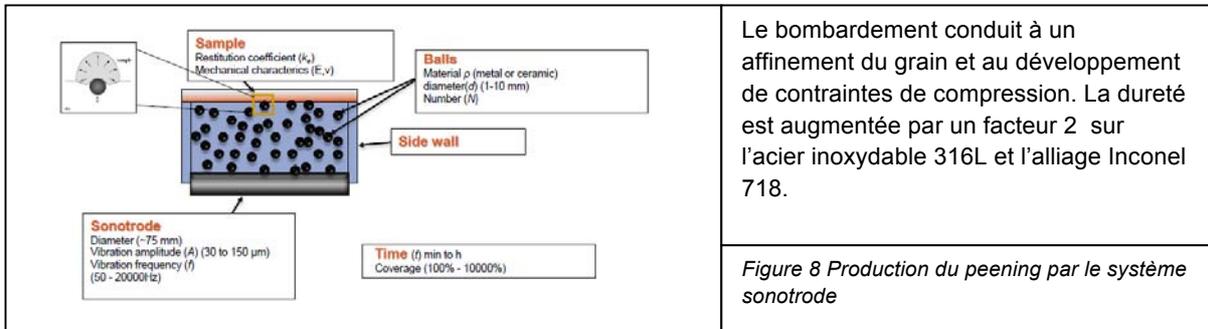


Figure 7

Sous le titre **“Does surface pretreatment improve low-temperature plasma nitriding performance ? Ultrasonic shot-peening and surface testuring.”** T. Thiriet, G. Marcos and all. (institut Jean Lamour) présentent une étude réalisée avec différentes options associant un traitement de nituration sous plasma micro onde, elle a pour but d'étudier l'influence d'une opération de "peening" sur l'attrition de la réaction de nituration en vue d'obtenir une austénite « expansée » à l'azote, et sur la possibilité de structurer la surface par une nituration plasma. L'opération de peening est réalisée par US (système sonotrode) (fig. 8)



Le bombardement conduit à un affinement du grain et au développement de contraintes de compression. La dureté est augmentée par un facteur 2 sur l'acier inoxydable 316L et l'alliage Inconel 718.

Figure 8 Production du peening par le système sonotrode

Le couplage « attrition peening » et nituration ont un effet sur les résultats obtenus sur les 2 nuances 316L et Inconel 718. La profondeur nitrurée est x 2,5 sur le 316L et 1,4 sur l'alliage 718. (fig. 9)

2. Les structurations 3D des surfaces avant, pendant ou après traitement ou revêtement.

Dans la perspective de créer une structuration 3D de la surface afin d'agir sur ses propriétés tribologiques comme cela a pu être fait à l'échelle macroscopique en créant par exemple des sillons par moletage, les auteurs ont développé une technique de structuration nanométrique 3D en utilisant une méthode qui met en place une grille sur la surface à traiter préalablement texturée par peening et en appliquant une nituration ionique sous plasma micro-onde MDCR (Distribute Cyclotron Resonance). (Fig. 10). L'expansion volumique accompagnant la nituration se produit uniquement sur les zones non masquées par la grille et crée ainsi des plots. La structuration 3D des surfaces ainsi crée améliore les performances tribologiques en associant les performances en frottement des zones nitrurées et la circulation possible du fluide de lubrification dans les canaux entre plots.

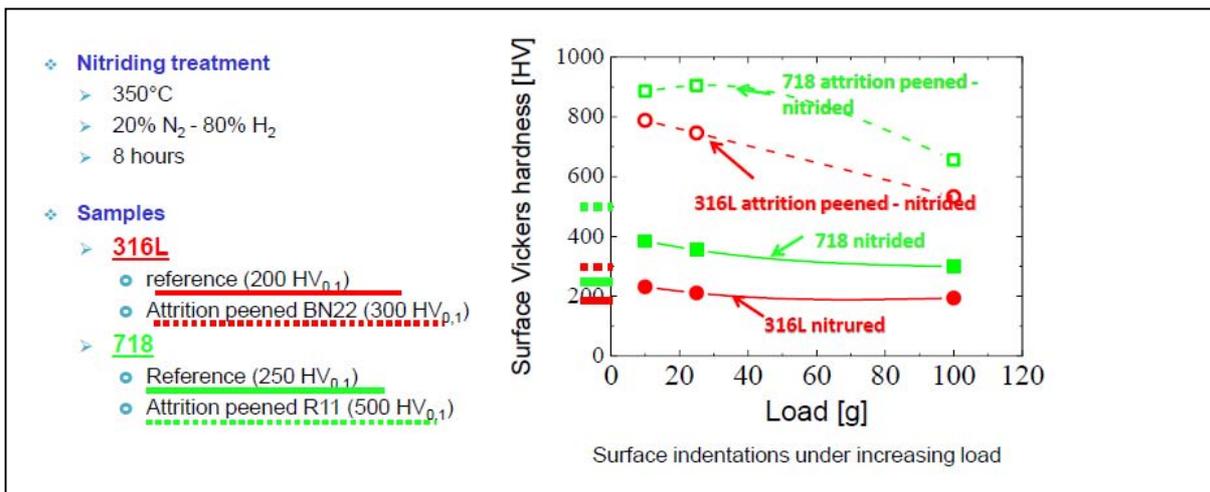


Figure 9 Combinaison peening et nituration

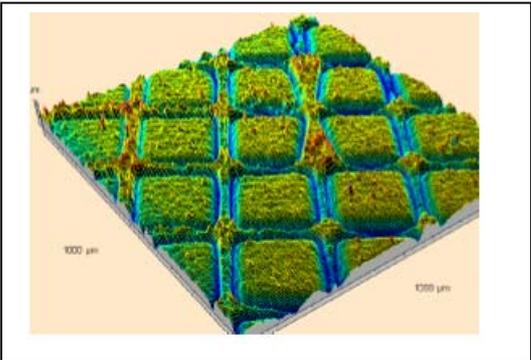
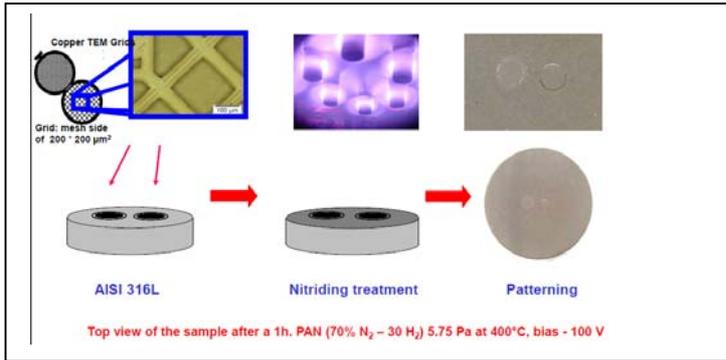


Figure 10 Structuration 3D de la surface par nitruration ionique à l'aide d'une grille.

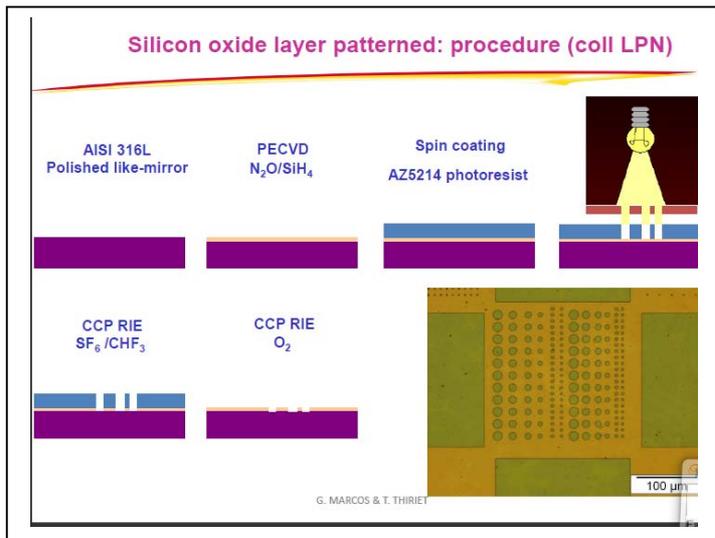


Figure 11

Une autre méthode de création de plots sur la surface consiste à effectuer un dépôt de silice ponctuellement perforée après dépôt (fig. 11)

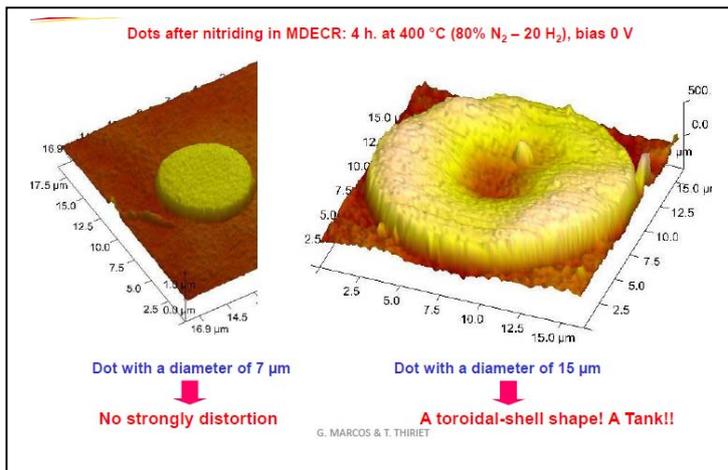


Figure 12 Aspect des plots de 2 diamètres différents après nitruration

3. Les faisceaux à haute énergie (laser, faisceau d'électrons) comme moyen de modification de la surface avant ou après un traitement thermo-chimique

Une autre méthode étudiée est la pré-structuration par un laser YAC (fig. 13) suivie d'une nitruration

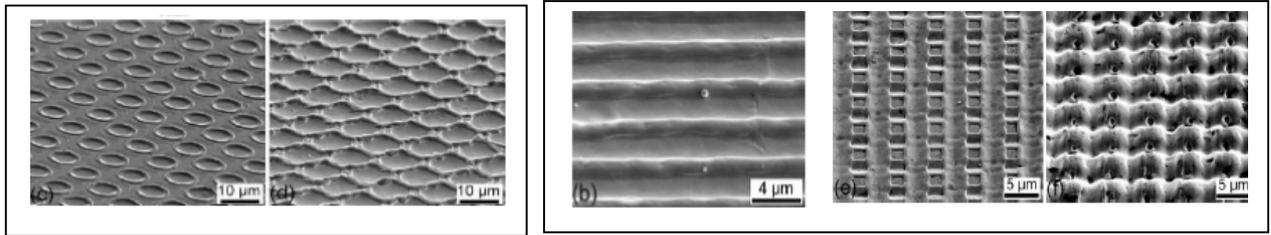


Figure 13 Exemples de structuration des surfaces par laser

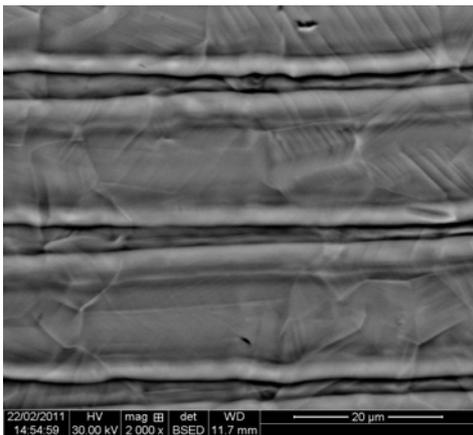


Figure 14 Vue de la surface.

La technologie laser peut souvent être comparée à la technologie faisceau d'électrons, reprenant un développement en collaboration avec une université chinoise, l'équipe du laboratoire LEM3 de Metz a exploré la technique dite HCPem (Hight Current Pulsed Electron Beam) comme moyen de préparation de la surface avant nitruration plasma, un duplex HCPem et SMAT a été étudié. « **Steel surfaces optimized by duplex treatments** » *T. Grosdidier, Y. Samith and all.* Le bombardement d'électrons conduit à une microfusion de la surface aux points d'impact du faisceau. (fig. 15)

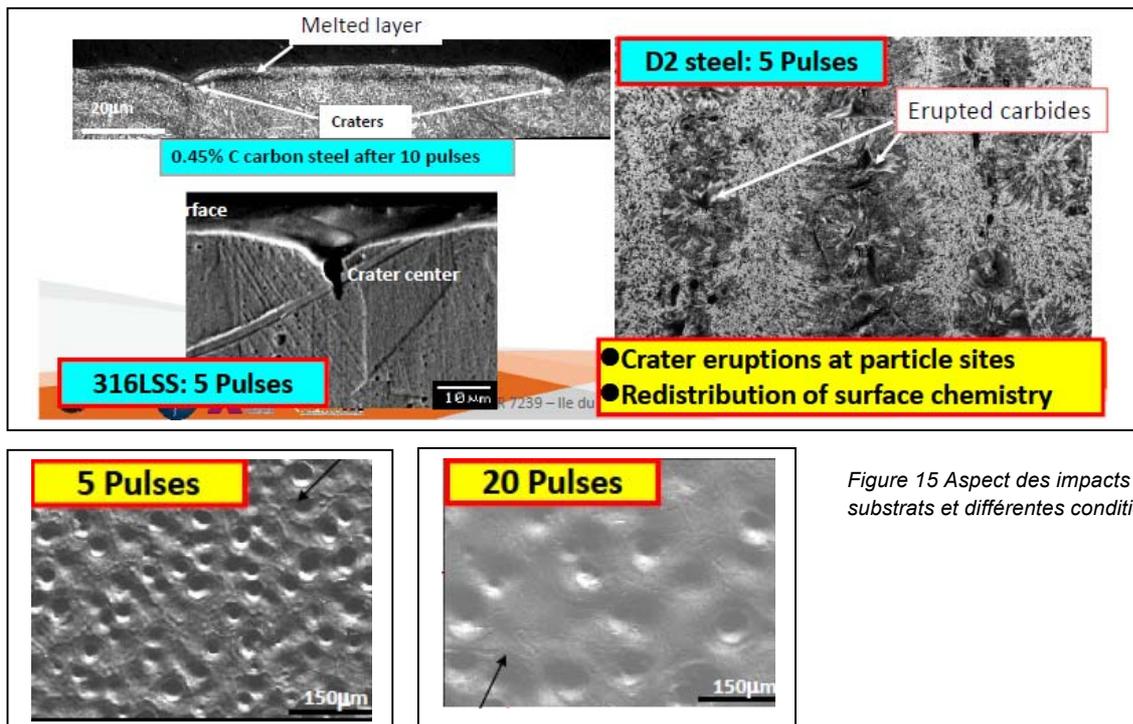
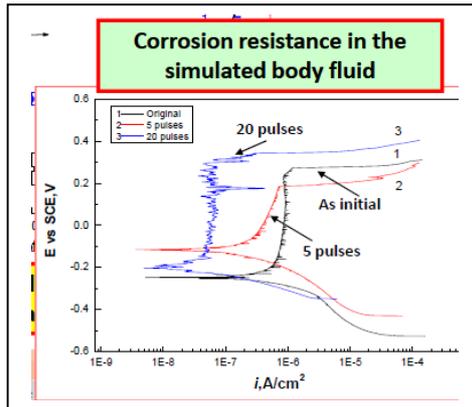


Figure 15 Aspect des impacts sur différents substrats et différentes conditions

Les impacts ont une influence sur la tenue à la corrosion, caractérisée par le tracé des courbes intensité-potentiel (fig. 16 réalisée sur acier 316L)



Les résultats sont impactés par le type de matériau, le nombre de pulses et la structure initiale du matériau traité.

Figure 16 Courbe intensité potentiel pour 2 types de pulses

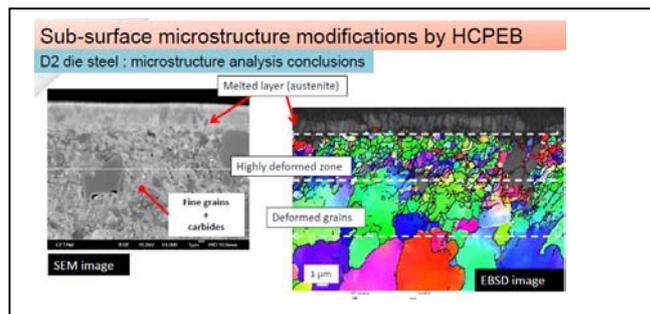


Figure 17 Structure obtenue sur acier rapide

Le traitement d'impact par bombardement d'électrons conduit à une mise en extension de la surface alors que la préparation SMAT met la surface en compression. La réalisation d'un SMAT après HCPEB remet la surface en compression. L'étude présentée est réalisée après HCPEB 20 pulses + SMAT 5 min sur l'acier inoxydable 316L dont les résultats confirment ceux obtenus par d'autres laboratoires : la dureté élevée obtenue sur ce type d'acier après SMAT (700 HV), après nitruration à 350°C la densité des dislocations induites par le SMAT n'est pas affectée par la nitruration.

La société **HEF** présente des solutions selon une autre démarche consistant à réaliser sur un revêtement DLC des perforations à l'aide d'impacts laser.

Quittant le domaine des laboratoires universitaires, la seconde partie de la première journée fut consacrée à des présentations de solutions industrielles.

4. Les traitements duplex : nitruration + dépôt(s), cémentation + nitruration, nitrurations + oxydation, traitement ou état métallurgique préalable + nitruration

La **société Aubert et Duval** présente une application d'un concept duplex se distinguant des procédés les plus répandus puisqu'il s'agit de l'application d'une nitruration sur une couche préalablement cémentée. Cette solution s'applique au durcissement des bagues de roulement utilisées dans les applications aéronautiques nécessitant une tenue à température élevée, employant un acier type 50NiL dont le durcissement est assuré par trempe et revenu à température relativement élevée (500°C) compatible avec une température de nitruration.

Current use							
A&D Grades	Designation	C	Si	Ni	Cr	Mo	V
50NiLYW	13MoCrNiV42-16-14 (AMS 6278)	0.13	--	3.40	4.15	4.25	1.20
FNDW	15NiMoSiCr10 (AMS 6495)	0.15	1.10	2.50	1.00	2.00	--
Future opportunities							
NC310YW	40SiNiCrMoV10 (AMS 6499)	0.40	2.70	1.75	0.85	0.40	0.20
CX13VDW	X12CrNiMoV12-3 (AMS5719)	0.12	--	2.50	12.00	1.60	0.30

CARBURIZING	Hv 650 = 0,80 to 1mm
TEMPERING	< 650°C
MACHINING (removing the carburizing)	~2.5 mm
HARDENING	1100°C Gas Quenching
SUBZERO	< -70°C
TEMPERING	540°C / 2h
1° GRINDING CYCLE	< 0,30 mm
NITRIDING	Gas
2° GRINDING CYCLE	< 0,050 mm

Figure 18 Nuances susceptibles d'une application duplex cémentation – nitruration et gamme type

La cémentation assure la profondeur de durcissement nécessaire aux sollicitations de roulement et la nitruration contribue au développement de contraintes de compression et augmente la performance (fig. 19)

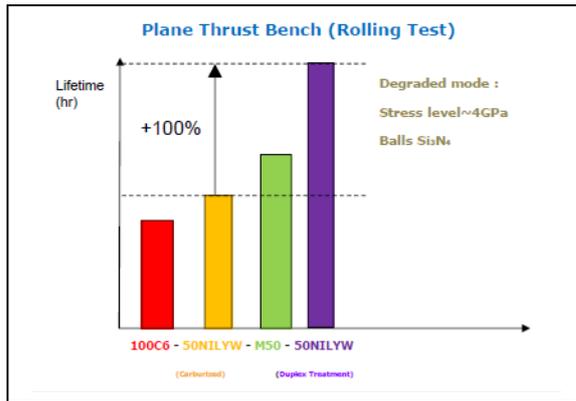


Figure 19 Gain des traitements duplex cémentation - nitruration

Le procédé **Plasox- Extended-plasma nitriding plus** proposé par la Sté Rübige, présenté par T. Müller associe une nitruration sous plasma pulsé et un revêtement silicium / DLC réalisé dans le même réacteur. (fig. 20) Un exemple de couches obtenues est présentée fig. 21

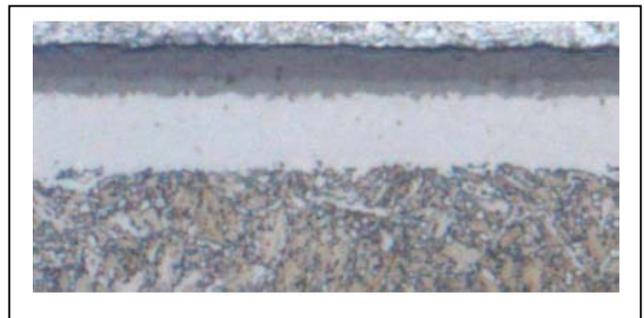
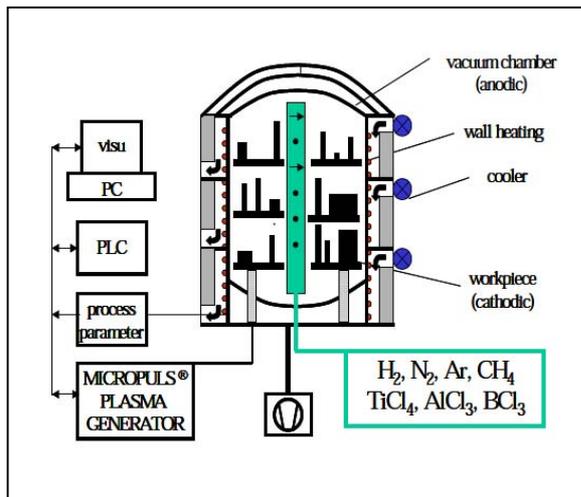


Figure 21 couche nitrurée revêtue DLC acier 42CrMo4 profondeur nitrurée 0,33mm, couche blanche 5 µm, oxyde 1,5µm, Si-DLC 3µm,

Figure 20 Principe du réacteur

Le cycle de traitement (fig.23) peut combiner une nitruration avec couche blanche, post-oxydée puis revêtue de DLC avec une couche d'adhérence intermédiaire de silicium. (fig. 21 et 22)

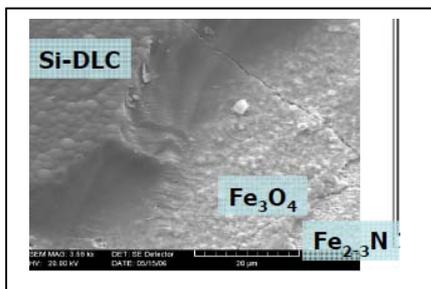


Figure 22

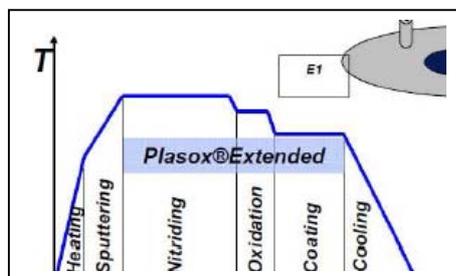


Figure 23 Cycle de traitement

Le procédé est présenté comme performant, apportant les qualités reconnues de la nitruration post-oxydée et des revêtements DLC, résistance à l'usure, à la fatigue, résistance à la corrosion, qualités tribologiques. Ce procédé a reçu le prix de l'innovation 2009 en Autriche.

La Sté Bodycote, spécialiste des traitements thermiques, a présenté le **procédé Corr-I-Dur** et **Corr-I-Dur QS (S. Badbedat)** regroupant différentes technologies de nitrations gazeuses post-oxydées, trouvant de nombreuses applications industrielles requérant une bonne résistance à la corrosion associées aux propriétés tribologiques (usure, frottement) et de résistance mécanique des nitrations et nitrocarburations. La configuration des couches obtenues est maintenant bien établie (fig. 24)

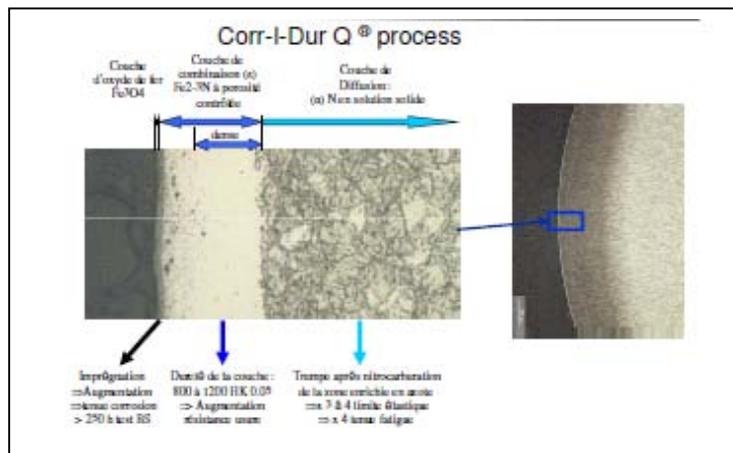


Figure 24

Selon les équipements et les gammes, celles-ci peuvent inclure un refroidissement rapide après nitrocarburation (trempe de l'austénite à l'azote), un polissage entre deux phases de post-oxydation, une imprégnation. Corr-I-Dur QS. Les tenues au brouillard salin atteignent 300 à 500h.

Parmi les applications de la nitruration et des duplex nitruration + dépôt, celle du forgeage à chaud avec des outils (matrices) en acier type H11 ou H13 (X38CrMoV5) est assez courante. Deux communications complémentaires ont été présentées :

Influence of plasma nitriding processes in combined surface treatments of the wear behavior of forging dies (par H. Paschke, IFUM Dortmund) du et Improving wear resistance of forging dies using duplex plasma nitriding and plasma deposition (par T. Yirikan IFUM Hannover)

Dans ces deux présentations sont décrits les mécanismes d'usure et de fissuration par fatigue thermique des matrices de forge modélisées sur un outil de frappe expérimental. On retrouve les phénomènes de d'adhésion, de déformation plastique, d'usure par abrasion, de fissuration et propagation. (fig.25)

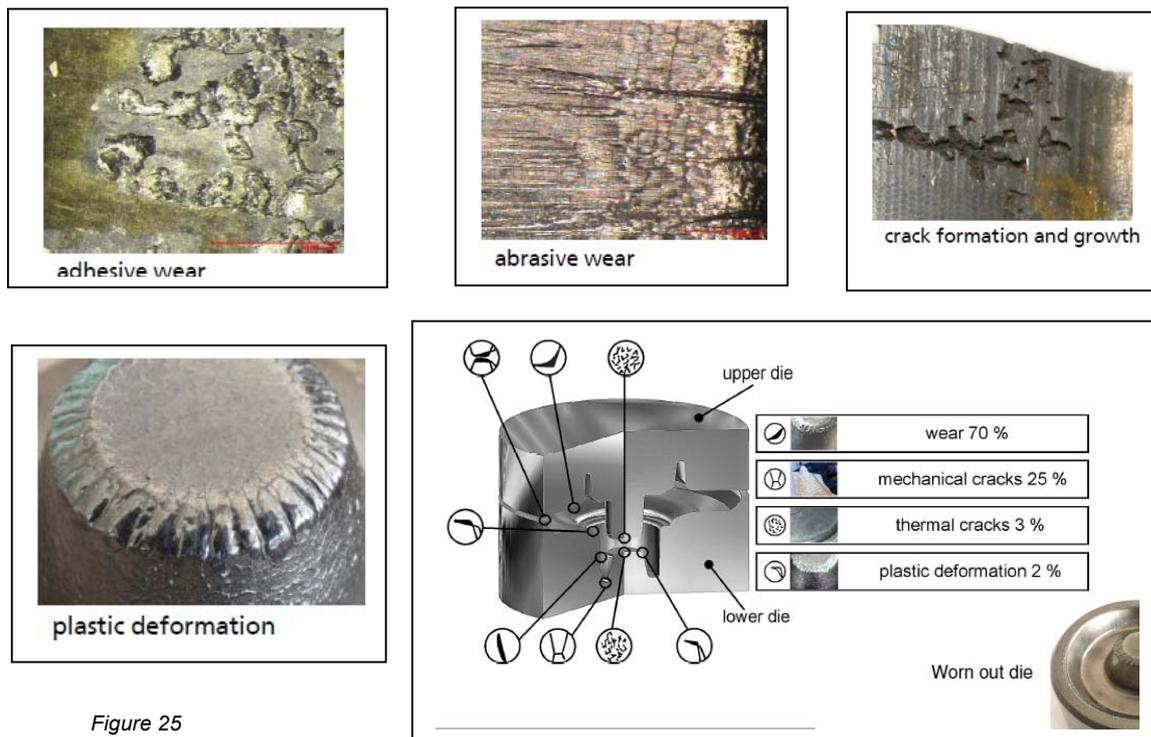


Figure 25

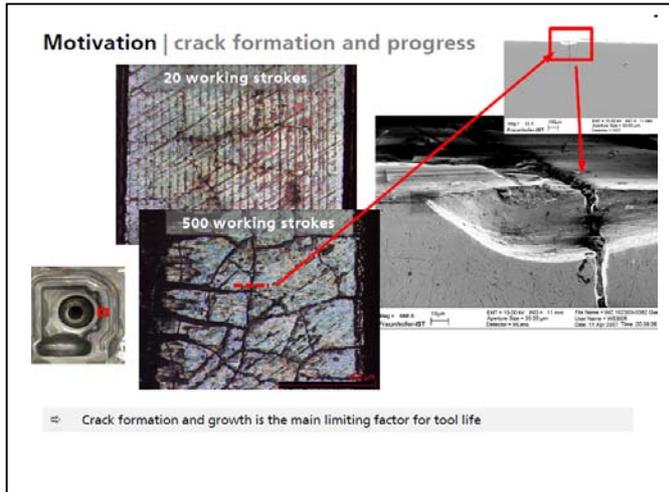


Figure 26

L'étude de Paschke s'intéresse aux facteurs de fissurations sur des outils nitrurés (fig. 26). La nitruration réalisée est une nitruration ionique sous plasma pulsé avec un équipement Rübige. Les traitements sont évalués avant mise en service, avec un essai d'indentation Rockwell et des essais scratch test. Plusieurs gammes de nitruration ont été testées. Les gammes sont données fig. 27 et les résultats de filiation de dureté fig.28. La ductilité des surfaces nitrurées est évaluée par les essais crash test et l'indentation Rockwell (fig. 29). A côté des paramètres température, temps et composition du plasma (N_2 / H_2) qui interviennent sur le gradient de dureté obtenu, l'intensité du plasma est un paramètre déterminant sur la formation de la couche blanche dont l'effet est un facteur d'initiation des fissures en fonctionnement.

variant	nitriding parameter				results		
	treatment duration [h]	process temperature [°C]	nitrogen content [%]	duty cycle D ¹ []	NHD ² [µm]	compound layer type	c.l. thickness [µm]
PN1	16	520	10	0.17	80	no comp.layer	J.
PN2			80	0.25	220	$Fe_{2.3}N^{3} + Fe_4N^{4}$	4 - 7
PN2a		80	0.17	210	$Fe_{2.3}N^{3} + Fe_4N^{4}$	4 - 7	
PN3		560	10	0.17	70	no comp.layer	J.
PN4			80	0.17	205	$Fe_{2.3}N^{3} + Fe_4N^{4}$	< 1
PN4a			80	0.25	200	$Fe_{2.3}N^{3} + Fe_4N^{4}$	~3 - 5
GN	reference = gas nitriding				230	$Fe_{2.3}N^{3} + Fe_4N^{4}$	5 - 10
No	without nitriding				J.	J.	J.

¹: pulse duration = 100 µs
²: nitriding hardness depth
³: ε-Phase
⁴: γ'-Phase

Figure 27

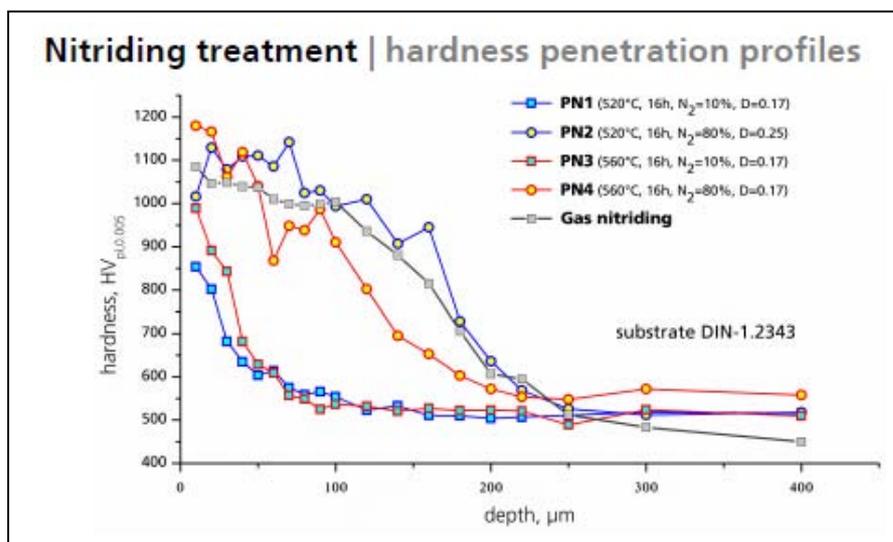


Figure 28

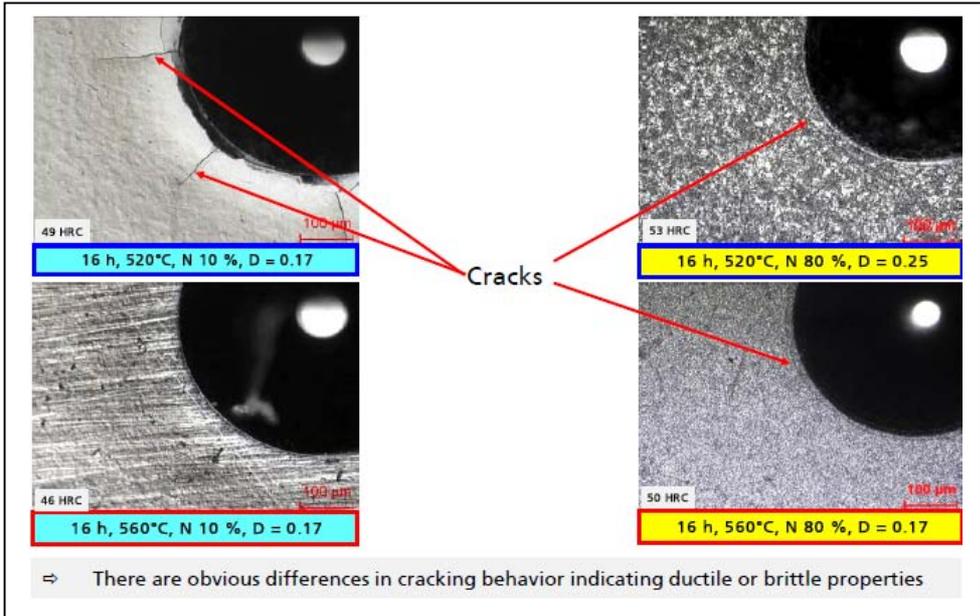


Figure 29

Ont été testées également des solutions nituration + dépôt PECVD réalisés dans le même réacteur. Il apparaît que les traitements superficiels et notamment les nitrurations améliorent la tenue aux déformations mais augmentent le mécanisme de fissuration. (fig. 30)

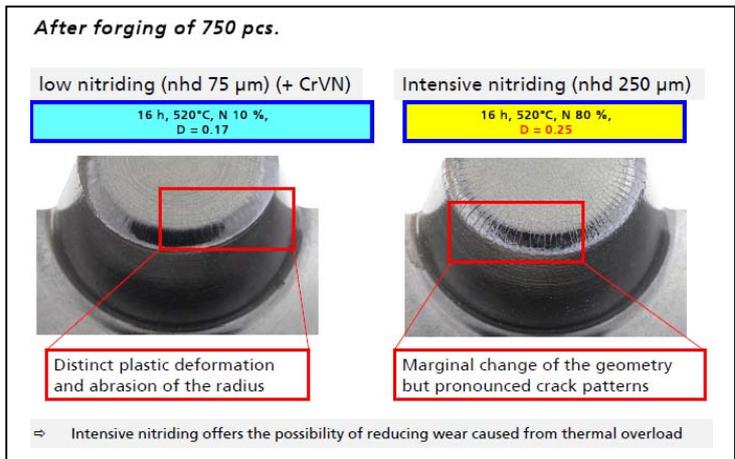


Figure 30

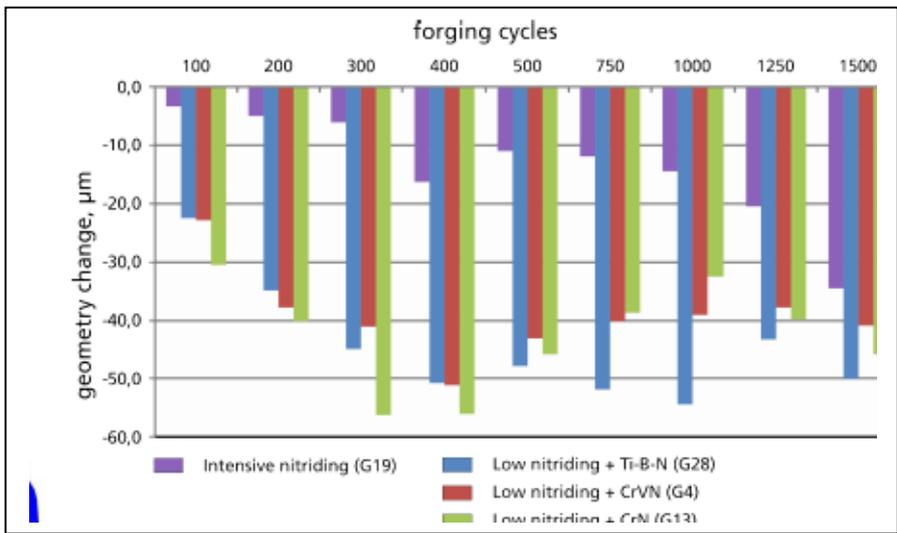


Figure 31 évolution de la géométrie de l'outil selon les solutions

La figure 30 présente les résultats d'usure obtenus lors des essais de forgeage après 750 frappes.

L'auteur conclut que les conditions de nitruration ont un effet sur les résultats et notamment sur la maîtrise des différents mécanismes d'endommagement. La combinaison nitruration et dépôts convenablement sélectionnés est une solution d'optimisation..

La seconde communication par Y.Yikiran complète celle de Paschke en testant sur le même équipement des solutions nitruration ionique plus 2 formulations de dépôts TiBN et CrVN. (fig. 32)

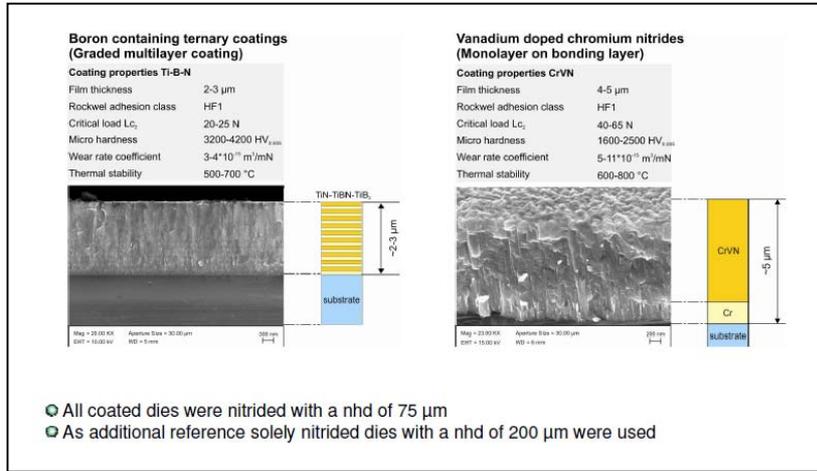


Figure 32

Les tests sont réalisés sur des outils micro-sablés puis nitrurés sur une profondeur de 75μm, de nouveau sablés avant revêtement CrVN/TiBN. Les outils sont examinés après 750 et 1500 cycles de frappe, on relève l'importance des endommagements avec comme référence un outil nitruré seul sur une profondeur de 200μm.

La solution CrVN s'avère être la plus performante.(fig. 33) en terme d'usure des zones sensibles et maintien global de la géométrie.

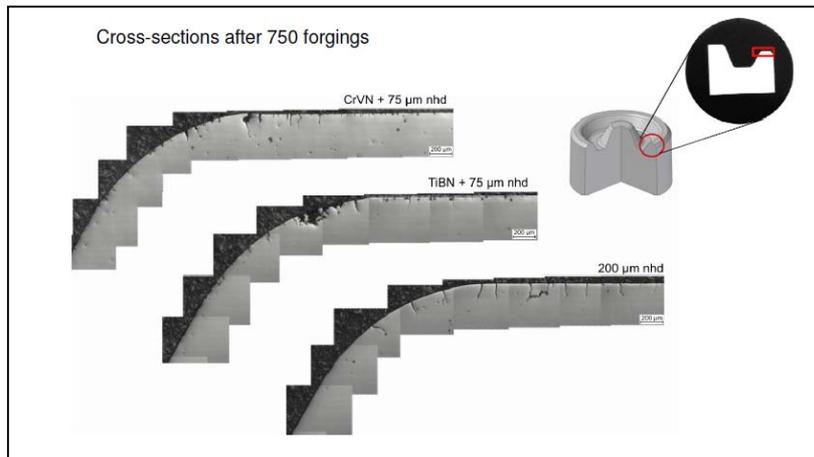


Figure 33

Des investigations MEB permettent d'observer le mécanisme d'usure, d'adhésion et développement des fissures. (fig 34 a, b, c)

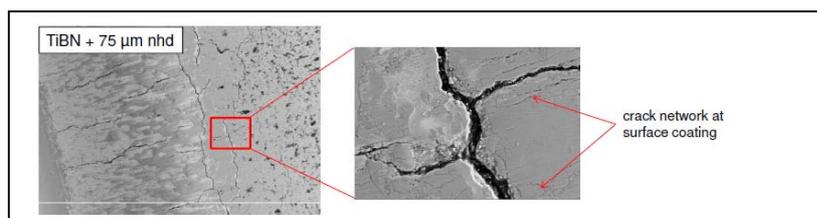


Figure 34 a

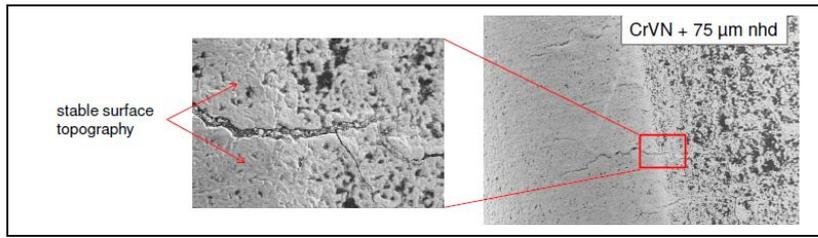


Figure 34 b

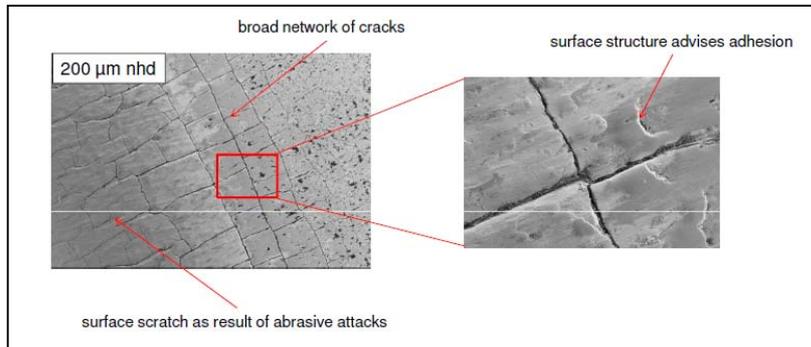


Figure 34 c

Les conclusions de l'étude sont synthétisées dans la figure 35.

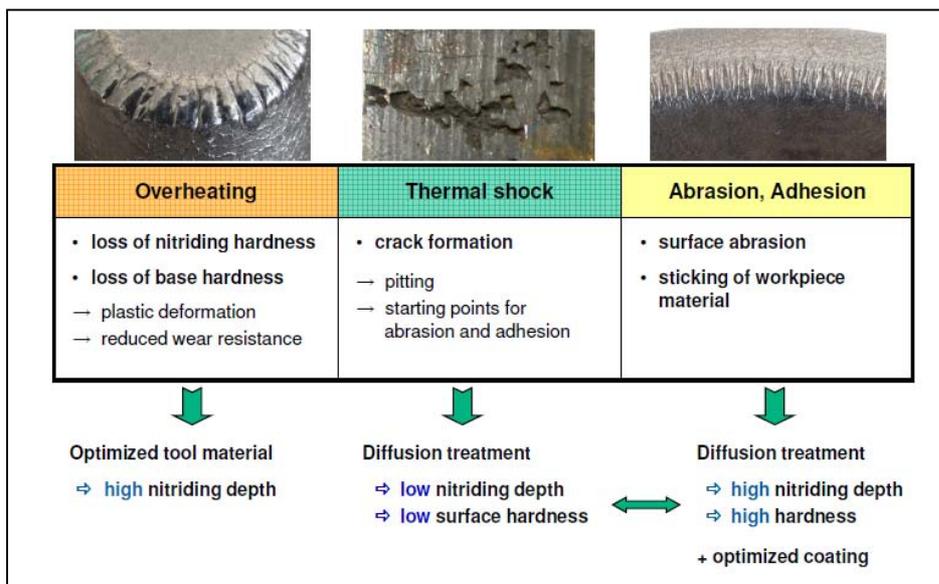


Figure 35

Ces études sont confirmées lors de réalisations de pièces de type vilebrequin en situations industrielles et confirment les conclusions : l'usure peut être fortement réduite par l'application d'un duplex nituration + dépôt, un dépôt de CrVN monocouche s'avère plus performant qu'un dépôt multicouche de TiBN et protège de l'usure et maintien de l'état de surface, il peut être avantageux d'appliquer des conditions de traitement différentes selon les parties d'un même outil. Par exemple :

- Crack resistant surface at the blade → surface coating and complanate nitriding
- Thermal stable edge layer at bed-plate (convex radii) → intensive nitriding with large nhd

Peu de sujets sont consacrés aux traitements thermiques superficiels des alliages d'aluminium, l'une des communications traite de ce sujet en associant une refusion par bombardement d'électrons et une nituration plasma : **Electron beam liquid phase surface treatment and plasma nitriding of highly stressed Al alloys (A. Dalke)**

L'étude réalisée comprend une opération de prédéposition de différents alliages Cu38Ni, Fe50Cr, NiCr13 par projection thermique refondu par bombardement d'électrons sur un alliage AISi10Mg, l'alliage superficiel obtenu présente une dureté plus élevée avec la formation de phases intermétalliques. (fig. 36)

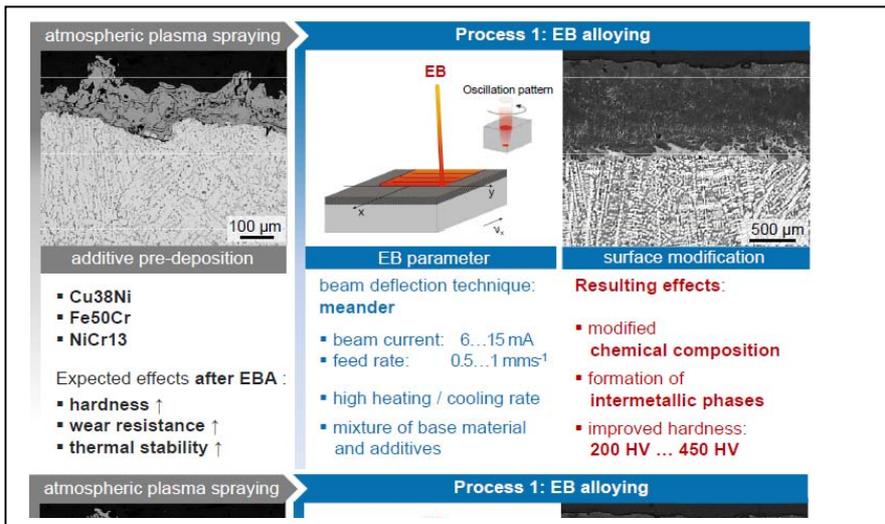


Figure 36

La surface est alors soumise à une nitruration plasma selon les conditions ci-dessous.



Figure 37

Un relevé topographique des duretés HV 0,1 après refusion et après nitruration pour les 3 alliages pré-déposés, est réalisé.

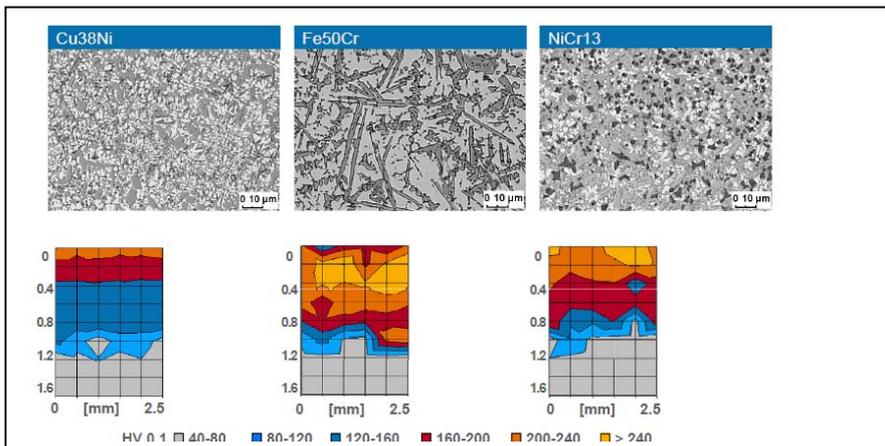


Figure 38 Distribution des duretés après refusion

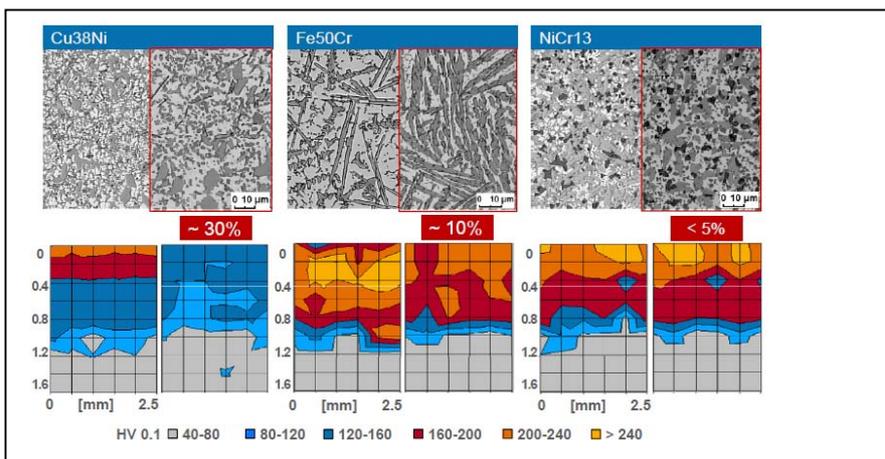


Figure 39 Distribution des duretés après nitruration

Des essais scratch test et d'usure sur tribomètre à sec ont été réalisés sur les différentes formules.

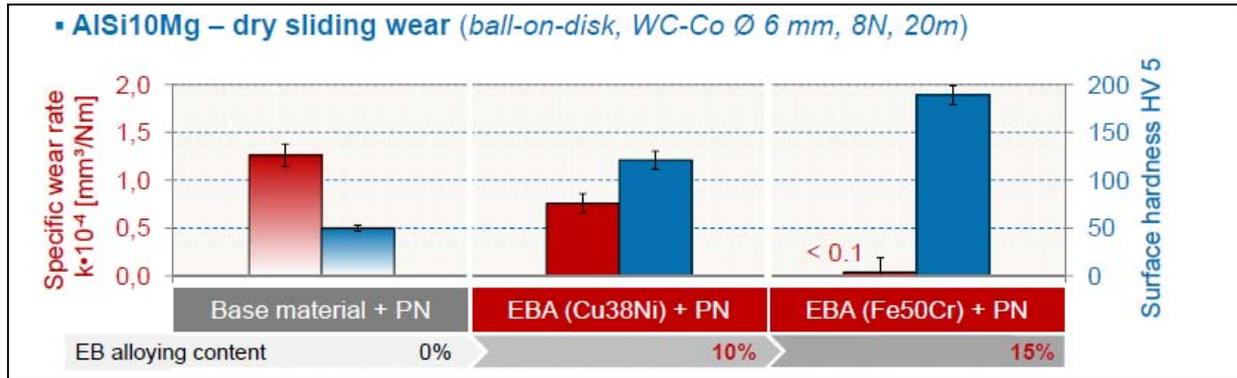


Figure 40 Résultats d'essais d'usure par glissement à sec.

Les conclusions sont :

- La fusion par FE des alliages bases Cu, Ni et Fe déposés préalablement, produisent des surfaces de bonne qualité, les couches sont homogènes, sans porosités ni fissures, la dureté est augmentée. La stabilité thermique des couches est bonne.
- La nituration plasma produit des couches adhérentes sur différents alliages d'aluminium, l'épaisseur des couches d'AlN est fonction de la présence des éléments d'alliage et des paramètres de nituration
- La combinaison faisceau d'électron et nituration apporte une amélioration de la dureté de surface de la couche de combinaison, l'usure est renforcée et le gradient de dureté augmenté

Cette autre conférence montre également le nouvel intérêt des études sur l'emploi des faisceaux d'électrons en traitements de surface. Il s'agit cette fois d'associer la technologie BE (ou FE) avec des dépôts PVD. Le titre de l'intervention est « **Combination of hard Coating with electron beam surface treatment** » (R. Zenker). Dans cette étude deux options sont explorées: revêtement dur (HC) de type PVD suivi d'un durcissement par bombardement d'électron (HBE) – HBE en premier et HC en second. Selon le choix de l'une ou l'autre séquence les paramètres de température diffèrent (fig. 41)

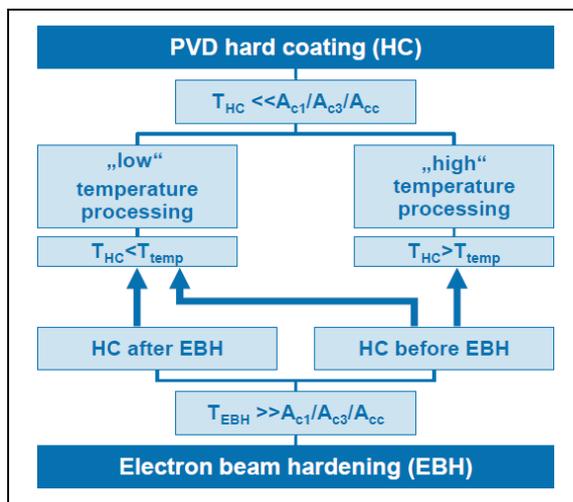


Figure 41 Gammes de traitements

Layer	TiAlN (3 µm)			Parameters				Hardness [GPa]
	Ti	Al	N	P _{kath} [kW]	U _{bias} [V]	T [°C]	t [h]	
PVD TiAlN	25	23	51	4 × 5,5	90	375	2:10	48.2
PVD TiAlN+Ti	30	17	51	4 × 5,5	90	350	2:10	33.6
PVD TiAlN+Al	18	30	51	4 × 5,0	90	350	1:50	22.8

Figure 42 Revêtements réalisés

Les traitements sont effectués sur 2 nuances 50CrV4 trempées revenues à 630°C, X153CrMoV12 avec 2 conditions d'austénitisation 1000°C revenu 210°C, 1030°C revenu 530°C. 3 types de revêtements sont réalisés TiAlN, TiAlN+ Ti, TiAlN + Al (fig.40). Le bombardement d'électrons est qualifié par sa densité de transfert d'énergie.(eF en Ws/cm²) qui conditionne la profondeur influencée (0,5 à 1,5 mm pour eF allant de 1500 à 2250 Ws/cm²) et dans une moindre mesure la dureté qui correspond à la dureté de la martensite. Sur la nuance X153CrV12 la plus haute énergie produit un niveau de dureté plus faible du à une rétention d'austénite après

refroidissement. Les combinaisons HC PVD/HBE améliorent le niveau de dureté et la charge critique à l'essai scratch-test.

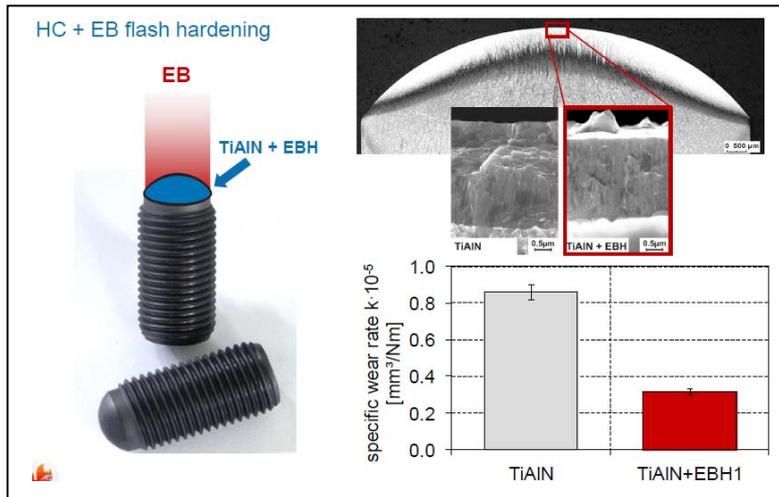


Figure 43 Application sur une vis.

Les conclusions de l'étude sont présentées fig. 44.

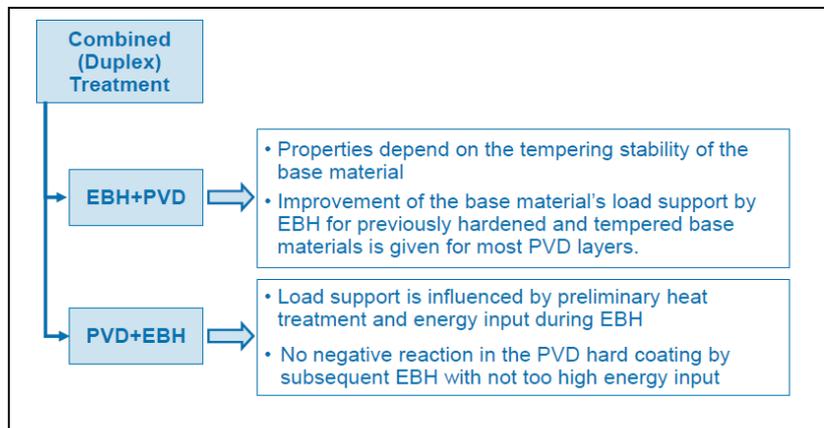


Figure 44

5. L'offre dans les domaines des PVD et PECVD

Viennent ensuite des présentations à caractère technico-commerciales par les **Stés Oerlikon Balzers et IonBond** spécialistes des dépôts PVD et PECVD offrant l'une et l'autre des solutions de différents types de couches et multicouches en version éventuellement duplex (avec la nitruration) dans différents domaines d'applications : outillage, médical, composants mécaniques. Oerlikon présente notamment des solutions appliquées sur des pièces mécaniques telles que des engrenages préalablement cémentés trempés avec Balinit C (WC+C), sur des outils de mise en forme et découpage Balinit Alcrona, Futura Nano et Lumena. IonBond insiste sur son offre en dépôts DLC notamment dans les applications médicales, des solutions duplex nitruration + DLC sont présentées. Pour certaines applications le revêtement de chaque antagoniste en contact peut être intéressant (COC coating on coating) comme DLC contre Nitruration+DLC.

IREPA LASER centre de transfert technologique propose le procédé **PROTAL** procédé de projection thermique assisté par laser (fig.45)

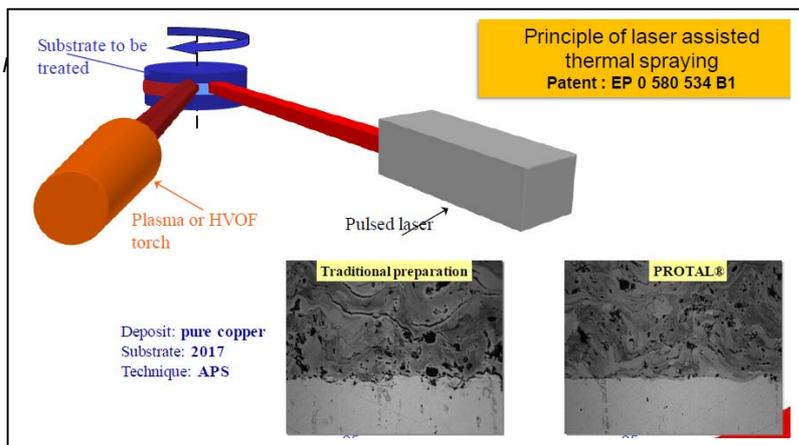


Figure 45 Principe du procédé

Des applications sur alliages d'aluminium (2017) et alliages de titane (TiAl6V) sont présentées, elles conduisent à des couches aux duretés améliorées et homogènes. Différentes technologies de thermal spray sont concernées : cold spray, HVOF, APS.

Deux autres conférences situées un peu en marge du thème général sont encore à mentionner. La présentation conjointe **Ascométal – Colmenia sur l'aptitude à la nitruration d'une nuance classique de type 42CrMo4 et 25MnCrSiVB6 (Metasco) dans des versions trempée revenue et à structure bainitique obtenue par refroidissement contrôlé, notamment pour l'application à la fabrication d'engrenages de grandes dimensions destinées aux éoliennes.**

Les structures bainitiques présentent de meilleurs résultats après nitruration que les structures de martensite revenue : + 15% en dureté, + 25% en profondeur efficace. Les aciers 25MnCrSiVB6 et 30MnCrSiMoVB5 offrent un bon niveau de dureté après nitruration (800 HV) et une profondeur de 0,65mm pour un cycle de 50h. Cet acier trouve son application pour la fabrication de pièces de moteurs d'automobile tels que les vilebrequins et engrenages. Par ailleurs les structures bainitiques dont l'obtention est plus économique présentent des caractéristiques de ténacité plus intéressantes. L'absence du cumul trempe et revenu contribue à une meilleure maîtrise des variations géométriques lors de la fabrication.

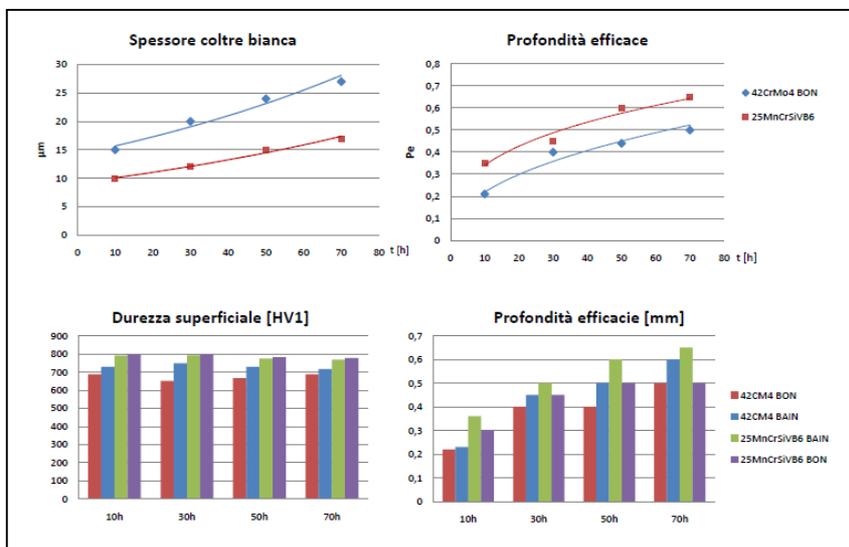


Figure 46. Résultats après différentes durées de nitruration sur l'acier 42CrMo4 T+R et 25MnCrSiVB6 à structure bainitique.

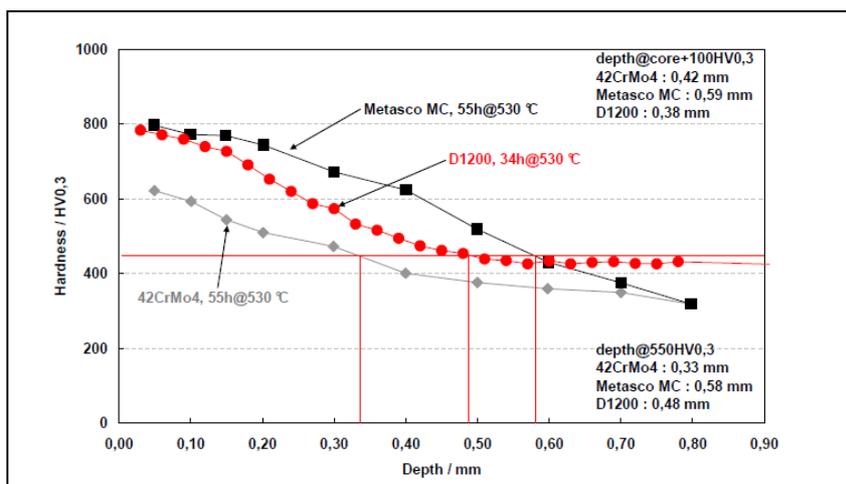


Figure 47. Comparaison des résultats après nitruration gazeuse des nuances 42CrMo4 et Métasco MC

La dernière intervention relatée dans ce compte rendu est celle de **G Vander Voot Consultant en métallographie en collaboration avec STRUERS**, concernant la préparation métallographique pour l'observation des couches nitrurées. Des précautions toutes particulières doivent être prises lors des opérations de tronçonnage et d'enrobage avant polissage pour conserver l'intégrité des couches à observer. La promotion d'équipements et de méthodes développés par STRUERS est présentée. L'essentiel de la communication concerne les réactifs susceptibles de remplacer le nital afin d'identifier les différentes phases présentes notamment dans la couche de combinaison. Les solutions possibles sont :

- Attaque par une solution de picral de 1 à 4% suivi d'une attaque nital à 2%
- Réactif de Viella
- Solution alcaline de picrate de soude bouillant destinée à révéler les réseaux de carbures aux joints des grains dans la zone de diffusion
- Des solutions aqueuses à 10% de métabisulfite de sodium ou d'acide sulfamique (réactif de Behara) pour colorer la couche nitrurée.

Des exemples de clichés obtenus avec différents réactifs dont certains en lumière polarisée, sur différents aciers et différents procédés sont présentés. Des arguments sur les erreurs d'interprétation des microstructures sont développés et justifient le respect des méthodes de préparation et le choix des réactifs.

Si on tente de faire une synthèse de cette conférence européenne consacrée aux traitements combinés, on voit qu'il y a effectivement des solutions pour améliorer les performances superficielles des pièces mécaniques en associant différents procédés qui pour l'essentiel s'articulent autour de la nitruration (le plus fréquemment plasma) à laquelle s'ajoute des solutions de type dépôts minces (PVD, PECVD). Les progrès dans le domaine de ces dépôts en version multicouches s'appliquent naturellement à ces solutions. Les solutions industrielles présentées par les entreprises spécialisées confirment leurs performances.

Les méthodes dite d'attrition par application d'un grenailage contrôlé et intense avant traitement thermo-chimiques semble maintenant bien établie et devrait se développer tout particulièrement sur les matériaux difficiles à nitrurer.

Les nouveautés confirmées lors de ces deux jours sont : la structuration 3D des surfaces à l'échelle nano ou micrométrique soit par des techniques directes utilisant les faisceaux à haute énergie (laser et faisceau d'électrons) ou indirectes par une croissance ponctuelle de couches blanches de nitruration via des techniques de masquage ; la mise en œuvre des faisceaux d'énergie comme moyens de modification des propriétés passant par des techniques de refusion ouvrant la voie à des matériaux autres que les aciers comme les alliages d'aluminium et de titane. On retrouve toutefois associés à ces procédés les procédés de dépôts durs et la nitruration.

Le « retour » du bombardement d'électrons comme concurrent du laser, est une réelle nouveauté.

INDUSTRIE

LES FORMULATEURS DE PRODUITS CHIMIQUES DEVANT LA COMMISSION ALUMINIUM.

Par Claude BRAULT, animateur de la Commission.

La commission aluminium de l'A3TS existe depuis début 2008. Son action est centrée sur les traitements de surface des alliages légers. Elle est constituée d'une dizaine de membres. Les thèmes traités sont les suivants :

- l'échange d'informations entre ses membres
- la rédaction de fiches techniques, disponibles sur le site de l'association
- l'information dans les LP, IUT, Facultés, et Ecoles d'ingénieurs sur les TS des alliages légers et les métiers associés
- la participation à l'organisation de conférences

A l'initiative de la commission du 14 mars, la société SURTEC représentée par **Isabelle ECOTIERE responsable du laboratoire de SURTEC et Jean-Marc GALTIER ingénieur commercial**, a présenté l'état de ses travaux de développement concernant le traitement des alliages d'aluminium avec des formulations sans Cr6+.

Ces travaux, décrits par Isabelle ECOTIERE, portent essentiellement sur le SURTEC 650, procédé de conversion chimique sans Cr6+ de l'aluminium et de ses alliages ; sachant que cette société développe d'autres formulations pour le traitement de surface.

En introduction, une rapide présentation de SURTEC est effectuée :

En 2010, FREUDENBERG CHEMICAL SPECIALITIES a racheté la holding SurTec International, 440 employés, 65 M€ de CA, qui inclut SurTec France, 26 employés, basée à Cugnaux. Le SURTEC 650 est fabriqué dans 5 pays, dont la France. Il s'agit d'un brevet déposé par la NAVAIR, concernant le TCP (trivalent chromium passivation). Les droits sont partagés aux USA entre SurTec et d'autres compagnies, mais ont été rachetés exclusivement par SurTec International en 2005 pour l'exploitation hors USA.

Le SURTEC 650 est un procédé de conversion chimique de l'aluminium et de ses alliages, avec une formulation basée sur le chrome trivalent, en remplacement du chrome hexavalent condamné à disparaître (procédé type Alodine 1200), à terme, du fait de ses propriétés cancérigènes. Ce produit peut également être utilisé comme additif de colmatage après anodisation, pour renforcer les propriétés anti corrosion du traitement.

UTILISATION EN CONVERSION CHIMIQUE

Il peut s'appliquer au trempé, en aspersion ou en retouche locale.

Il est utilisé dans le secteur du bâtiment, label QUALICOAT, et dans celui de la défense, voir la conférence de Gilles CHOLVY de NEXTER SYSTEMS et Isabelle ECOTIERE aux journées A3TS de décembre 2011 à Paris. Au niveau aéronautique, certains constructeurs l'ont qualifié pour des applications ou des matériaux donnés.

A noter, en particulier, les qualifications US suivantes :

Homologation QPL (Qualification Product List) pour les applications au trempé, aspersion et brosse.

Résistance à la Corrosion: MIL 5541 – Type A (Classe 1A, résistance à la corrosion surface non peinte)

Résistance électrique de contact : MIL 5541 – Type B (Classe 3)

Au trempé, les caractéristiques suivantes sont obtenues : Aspect incolore, à noter qu'une version colorée existe, le SURTEC 650V

Poids de couche : 250 mg/m²

Epaisseur : 0,12 µm

Tenue au brouillard salin :

AS9U3	168 h
AGS	336 h
AGSUC	336 h
AG0,6/AG3M	336 h
5754 / 5005	336 h
AZ5GU	360 h (boulons)
AS12	240 h
AU4G1	96 h

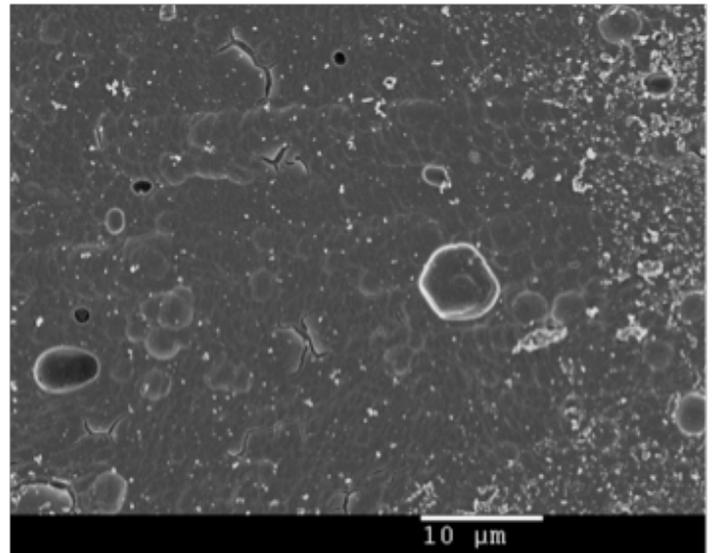
Résistance de contact :

Avant BS : 0,25 milli-ohms / cm²

Après 168 h de BS : 0,51 milli-ohms / cm²

Adhérence peinture : bonne tenue en quadrillage + adhésif après application.

Bonne tenue conservée, après immersion de 14 j dans l'eau, dans le cas des peintures à haut COV et tenue aléatoire dans le cas des peintures à bas COV.



Examen MEB de surface :
épaisseur, environ 300 nm aspect peu micro-fissuré

Au vu des résultats revendiqués par SURTEC et de ceux exprimés par COVENTYA et HENKEL, cf. les compte-rendu dans les derniers numéros de « A3TS Science et Technique », pour leurs procédés sans Cr6+, la question se pose de savoir si, moyennant des études complémentaires, cette famille de produits, basée sur le Cr3+, est capable d'égaliser les performances des procédés à base de Cr6+, en termes de résistance à la corrosion et d'adhérence peinture, ou si un plafond a été atteint, en particulier, pour les alliages de la série 2000 avec 96 H de tenue BS neutre.

Une remarque est faite par un membre de la commission, concernant la coloration obtenue par la version 650V, celle-ci évoluerait dans le temps.

SurTec ne remarque pas de décoloration au cours du temps, mais confirme une perte de la coloration lors du test de BS neutre. Par ailleurs, la coloration obtenue lors du traitement au SurTec 650 V varie en fonction des alliages. Le SurTec 650V permet d'augmenter la tenue BS et d'obtenir les 168 heures, y compris sur alliages 2000 et 7000.

UTILISATION EN ADDITIF DE COLMATAGE APRES ANODISATION

Une étude menée par le CETIM et une autre réalisée par SurTec sont ensuite commentées par Isabelle ECOTIERE.

L'étude CETIM a montré que, appliqué sur anodisation sulfurique, le SurTec 650 à concentration de 10%, à 35°C avec une immersion de 6 minutes suivie du SURTEC 349 (formulation sans métaux lourds) à concentration de 2 g/l, à 98°C avec une immersion de 30 minutes permettaient d'atteindre, sans corrosion, 750 heures d'exposition au BS neutre sur 7075 T6. Concernant l'adhérence de la peinture, elle est conforme, mais à condition de ne pas utiliser la 2^{ème} phase, SurTec 349. Le même résultat serait obtenu sur TSA (anodisation sulfo-tartrique).

L'étude SurTec, quant à elle, indiquerait que dans le cas du TSA, avec une épaisseur de couche de 3 µm, la gamme double, SurTec 650, 34°C, 2 minutes + eau déminéralisée 98°C, 30 minutes, permettrait de passer 336 h de BS sans corrosion significative sur 2024. Dans le cas d'une immersion dans la solution 650 uniquement, la tenue est ramenée à 168 h sans apparition de corrosion.

Ce procédé de double colmatage, ou imprégnation + colmatage, semble prometteur sur le plan technique avec cependant un inconvénient, surtout pour les grandes installations ou celles qui sont très denses, nécessiter une ou deux cuves supplémentaires.

A l'issue de cette présentation, de nombreuses questions ont été posées par les membres de la commission qui ont apprécié la clarté de l'exposé.

Les adhérents de l'association sont invités à se rapprocher de SurTec pour obtenir plus de précisions, si nécessaire.

En juin, la commission organisera le même type de réunion avec CHEMETALL, puis se tournera vers les laboratoires, pour leur demander : quoi de neuf ?

CONGRÈS

9-13 septembre 2012 - Istanbul (Turquie)
Eurocorr 2012 : The European Corrosion Congress.
<http://www.eurocorr.org/EUROCRR+2012>

10-13 septembre 2012 - Chicago (USA)
6th international Conf. Quenching and Control of distortion / 4th international conf. on Distorsion engineering.
www.asminternational.org/qcd

11-14 septembre 2012 - Leoben (Autriche)
9th Tooling conference/4th International Conference on Heat Treatment of Tools and Dies.
www.tool2012.at

7-9 octobre 2012 - Garmisch-Partenkirchen
9th international conference on Residual stresses.
www.mf.mpg.de/icrs9

10-12 octobre 2012 - Wiesbaden
HK 2012.
www.awt-online.org

23-25 octobre 2012 - Pekin (Chine)
20th Congress IFHT.
www.20ifhtse.org/dct

27-29 novembre 2012 - Jihlava (République Tchèque)
National conference on heat treatment with international participation.
www.asociacetz.cz

12 et 13 décembre 2012 - PAU (France)
3^{ème} CONFERENCE INTERNATIONALE
« APPLICATIONS & INNOVATIONS EN PROJECTION THERMIQUE »
www.a3ts.org

8 février 2013 - Paris (France)

Qualité des processus de traitement thermique et de traitement de surface lors de la réalisation des composants aéronautiques et automobiles.
(Nadcap, CQI9, CQI11, CQI12, RQP1)
www.a3ts.org

25-26 avril 2013 - Lucerne (Suisse)
European Conference on Heat Treatment and Surface Engineering.
b.kuntzmann@listemann.com

11-14 juin 2013 - Dubrovnik-Cavtat (Croatie)
2nd Mediterranean Conference on Heat Treatment and Surface Engineering
smoljan@riteh.hr

3-4 juillet 2013 - MARSEILLE (France)
TRAITEMENT DES MATÉRIAUX :
PERSPECTIVES À L'HORIZON 2020 -
CONGRÈS-EXPOSITION
www.a3ts.org

DU CÔTÉ DES LABORATOIRES

TRAITEMENT DE SURFACE PAR TEXTURATION LASER UNE ALTERNATIVE « PROPRE » DE PRÉPARATION DE SURFACE POUR LA PROJECTION THERMIQUE.

Thèse soutenue par Amina LAMRAOUI le 16 décembre 2011 à l'Université de technologie de Belfort Montbeliard

La préparation de surface avant projection thermique est une étape très importante pour l'adhérence des revêtements. Conventionnellement, le dégraissage et le sablage sont les deux procédés utilisés pour ce type de préparation, mais l'impact environnemental important de ces procédés

conventionnels, ainsi que les coûts désormais associés, et la modification des propriétés des matériaux ductiles ont mené au développement de nouvelles méthodes.

Le procédé de texturation par laser est alors apparu comme une alternative intéressante et «propre» à la technique conventionnelle. Ce procédé permet la préparation de la surface par ablation de la matière jusqu'à création de microcavités de forme conique à la surface du substrat. Cette texturation permet alors d'augmenter la surface de contact entre le matériau et le revêtement et de mieux ancrer mécaniquement le dépôt. Ce procédé permet également le traitement de la surface dans un temps très court, et surtout il n'engendre aucun déchet dans l'environnement.

L'approche suivie dans cette étude, a permis de caractériser les effets de chaque paramètre opératoire du laser à travers un protocole d'optimisation par plan d'expériences. La démarche consiste, tout d'abord à apprécier le niveau de modifications morphologiques de la surface du substrat, ainsi que l'effet thermique induit par l'irradiation laser avant d'évaluer les performances des texturations réalisées en termes adhérence et de ténacité d'interface. Cette approche a pour objectif de définir les conditions opératoires qui proposent la meilleure adhérence du revêtement et a permis d'atteindre des niveaux supérieurs à ceux proposés par le procédé conventionnel.

Enfin, l'analyse de l'impact environnemental du procédé de traitement de surface par texturation laser permet de définir le niveau de respect de l'environnement, de la santé ainsi que l'écosystème du procédé en comparaison au procédé conventionnel

[http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/70/32/29/PDF/ThA_se - LAMRAOUI - Amina UTBM.pdf](http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/70/32/29/PDF/ThA_se_-_LAMRAOUI_-_Amina_UTBM.pdf)

CONTRIBUTION A L'ETUDE DES PROPRIETES PHYSICO- CHIMIQUES DES SURFACES MODIFIEES PAR TRAITEMENT LASER. APPLICATION A L'AMELIORATION DE LA RESISTANCE A LA CORROSION LOCALISEE DES ACIERS INOXYDABLES.

Thèse soutenue par Wilfried PACQUENTIN le 25 novembre 2011 à l'Université de Bourgogne.

Les matériaux métalliques sont utilisés dans des conditions de plus en plus sévères et doivent présenter une parfaite intégrité sur des périodes de plus en plus longues. L'objectif de ce travail de thèse est d'évaluer le potentiel d'un traitement de refusion laser pour améliorer la résistance à la corrosion d'un acier inoxydable de type 304L ; l'utilisation du laser dans le domaine des traitements de surface constituant un procédé en pleine évolution à cause des changements récents dans la technologie des lasers.

Dans le cadre de ce travail, le choix du laser s'est porté sur un laser nano-impulsionnel à fibre dopée ytterbium dont les caractéristiques permettent la fusion quasi-instantanée sur quelques microns de la surface traitée, immédiatement suivie d'une solidification ultra-rapide avec des vitesses de refroidissement pouvant atteindre 1011 K/s. La combinaison de ces processus favorise l'élimination des défauts surfaciques, la formation de phases hors équilibre, la ségrégation d'éléments chimiques et la formation d'une nouvelle couche d'oxyde dont les propriétés sont gouvernées par les paramètres laser. Afin de les corréler avec la réactivité électrochimique de la surface, l'influence de deux paramètres laser sur les propriétés physico-chimiques de la surface a été étudiée : la puissance du laser et le taux de recouvre-

ment des impacts laser.

Pour clarifier ces relations, la résistance à la corrosion par piqûration des surfaces traitées a été déterminée par des tests électrochimiques. Pour des paramètres laser spécifiques, le potentiel de piqûration d'un acier inoxydable de type 304L augmente de plus de 500 mV traduisant ainsi une meilleure tenue à la corrosion localisée en milieu chloruré. L'interdépendance des différents phénomènes résultant du traitement laser a rendu complexe la hiérarchisation de leur effet sur la sensibilité de l'alliage testé. Cependant, il a été montré que la nature de l'oxyde thermique formé au cours de la refusion laser et ses défauts sont du premier ordre pour l'amorçage des piqûres.

http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/69/60/96/PDF/these_A_PACQUENTIN_Wilfried_2011.pdf

RUPTURE INTERGRANULAIRE INDUITE PAR L'HYDROGENE DANS LES ALLIAGES ALUMINIUM MAGNESIUM

Thèse soutenue par Edouard Pouillier le 16 décembre 2011 à l'Ecole nationale supérieure des mines de Paris

Les alliages d'aluminium de la famille 5XXX (Al-Mg) sont utilisés dans la fabrication de pièces de structure en raison de leurs bonnes propriétés mécaniques, de soudabilité et de résistance à la corrosion. Toutefois, dans des conditions d'utilisation sévères, une synergie entre la déformation plastique et les réactions de corrosion se produit et entraîne une fissuration intergranulaire, par corrosion sous contrainte (CSC), voire par fragilisation par l'hydrogène (FPH). La ductilité passe de 50% à quelques %, montrant une fissuration fragile.

Cette étude couplant à la fois des moyens expérimentaux et numériques a eu pour but de caractériser et de modéliser l'influence de la déformation plastique à l'échelle des cristaux sur la rupture intergranulaire dans un alliage d'aluminium préalablement fragilisé par l'hydrogène. Des travaux antérieurs à cette étude ont montré que ce type de rupture peut être interprété comme une conséquence de la concentration de déformation au joint de grains due à la déformation plastique des grains. Néanmoins les mécanismes microstructuraux intervenant dans ce phénomène de rupture restent à ce jour mal définis. C'est pour cette raison qu'une procédure expérimentale a été mise en place pour obtenir sur une même surface, à la fois les champs de déformation locaux et l'orientation cristalline des grains constituant cette surface.

Les résultats obtenus ont permis de mettre en avant le mécanisme majeur intervenant dans ce type de rupture, à savoir que la rupture d'un joint est due à une configuration particulière de son voisinage. En effet les résultats de mesure des champs de déformation montrent que les grains présentant une orientation propice à la déformation vis-à-vis de la sollicitation favorisent l'amorçage de fissures dans les joints de grains adjacents. De manière plus générale, les premières fissures s'amorcent entre des grains qui se déforment peu ou pas dans un environnement granulaire relativement déformé. Ces joints de grains vont de fait subir des contraintes intergranulaires particulièrement élevées. Fort de ces observations expérimentales, un critère de rupture basé sur la contrainte normale au joint de grains a pu être proposé. Dans le but d'obtenir la valeur de contrainte limite donnant lieu à la rupture intergranulaire, des simulations numériques sur les surfaces étudiées précédemment ont été entreprises. Pour cela les surfaces étudiées par EBSD

puis en traction in-situ dans un MEB ont été digitalisées puis maillées. Le comportement des grains a été modélisé à l'aide d'un modèle de plasticité cristalline préalablement calibré sur des essais de traction simple. Les conditions aux limites des calculs ont été extraites des champs de déplacements mesurés expérimentalement.

Ces simulations ont permis d'évaluer une contrainte seuil de l'ordre de 175 MPa pour laquelle les premiers joints de grains fissurent. Cette contrainte a ensuite été utilisée dans une loi de type zone cohésive pour décrire le comportement à rupture des joints de grains. L'énergie à rupture a été choisie en fonction des résultats des calculs d'atomistique menés à l'intérieur de l'ANR H-Inter. Les résultats numériques décrivent correctement les phénomènes observés expérimentalement. L'ensemble des simulations réalisées en 2D ne considère que les surfaces étudiées expérimentalement. Afin de prendre en compte les effets de substrat, des modélisations de microstructures en 3D ont été réalisées. Ces modélisations ont principalement permis de confirmer le mécanisme de rupture intergranulaire identifié expérimentalement.

http://pastel.archives-ouvertes.fr/docs/00/71/12/02/PDF/20924_POUILLIER_2011.pdf

INFLUENCE DE LA NANOSTRUCTURATION SUR LE COMPORTEMENT A LA CORROSION DE REVETEMENTS MULTICOUCHES ELABORES PAR PVD

Thèse soutenue par Andréa Perez le 21 octobre 2011 à l'Université de La Rochelle

Cette thèse se place dans le cadre d'un projet ANR qui vise à remplacer des dépôts électrolytiques sacrificiels par des dépôts PVD à base d'aluminium, moins néfastes pour l'environnement. Trois critères ont été définis : un comportement sacrificiel avec de faibles cinétiques de dissolution, une bonne résistance au grippage et la possibilité d'élaboration du dépôt avant emboutissage du substrat acier. Des revêtements monocouches ont été élaborés pour étudier l'effet d'un élément d'alliage dans l'aluminium. Certains éléments (Mo, Mn) améliorent les propriétés mécaniques et d'autres (Mg, Zn) les propriétés sacrificielles des revêtements. Cette étude a permis de mettre en évidence qu'il est difficile de combiner de bonnes propriétés mécaniques et sacrificielles. Pour pallier ce problème, deux voies peuvent être explorées. L'élaboration d'alliages ternaires et celle d'architectures multicouches. Ce travail s'est focalisé de manière plus approfondie sur la deuxième voie. Des architectures multicouches ont été élaborées avec deux types de couches, chaque type de couche possédant l'une des deux propriétés souhaitées pour le revêtement. Les configurations étudiées sont les suivantes : Al-Mo/Al-Zn, Al-Mo/Al-Mg et Al-Mn/Al-Mg, avec différentes périodes. Cette étude a permis de trouver une architecture multicouche qui répond tout à fait aux deux premiers critères : Al-Mn/Al-Mg 15 nm. Une étude préliminaire en corrosion après déformation a été réalisée sur cette dernière. Elle perd son caractère sacrificiel en immersions salines de 48h à partir de 1% de déformation. L'optimisation des paramètres de dépôt pour améliorer la tenue mécanique de cette architecture est une prochaine étape.

<http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/69/70/16/PDF/2011Perez22167.pdf>

DEVELOPPEMENT DE PROCÉDES VERTS POUR MODIFIER LA SURFACE D'ABS AVANT SA MÉTALLISATION

Thèse soutenue par Lorena Magallón Cacho le 8 décembre 2009 à l'Ecole centrale de Lyon

L'ABS est un copolymère de Acrylonitrile-Butadiène-Styrène utilisé industriellement et dont la surface peut être recouverte par un dépôt métallique. Le processus traditionnel pour déposer des films métalliques consiste en un traitement auto catalytique dit « Electroless ». Cependant, ce processus utilise, pendant l'étape préparatoire, un mélange sulfo-chromique contenant du Cr (VI), qui est dans la liste des contaminants toxiques qui doivent être substitués. Il est donc primordial de développer de nouveaux procédés de modification de surface de faible impact sur l'environnement.

Dans ce travail de thèse, trois nouvelles techniques de modifications de la surface d'ABS sont proposées. Les deux premières permettent une modification générale de la surface et la troisième une modification spécifique. La première méthode, par voie sèche basée sur l'application en alternance de décharges Corona et radiations ultra-violet, est appelée « Traitement Optophysique ». La deuxième méthode appelée « Traitement Photocatalytique » correspond à l'application des propriétés photocatalytiques de nanoparticules de TiO₂ (30nm) en suspension sur la surface du polymère et soumis à une radiation ultra-violet. La troisième méthode appelée « Traitement Optothermique » permettant une modification sélective, est réalisée par ablation thermique laser à partir d'une sensibilisation de la surface avec des nanoparticules de Palladium et des particules d'Argent.

Postérieur à l'étape de traitement « Traitement Optophysique » ou « Traitement Photocatalytique », les substrats ont été pré-métallisés soit par le procédé « Electroless », soit par le procédé de « Dépôt Chimique Dynamique » (DCP). A différence du procédé « Electroless », le procédé « DCP » ne nécessite pas d'une étape antérieure d'activation de sites superficielles avec des ions palladium. Le dépôt métallique final est réalisé par voie électrolytique conventionnelle. Les surfaces prétraitées ont été analysées par des Mesures d'Angle de Contact et les techniques de spectroscopie FT-IR et XPS. La présence de charges superficielles a été évaluée par la Mesure du Potentiel de Surface et de Radiométrie des Photoporteurs. La morphologie des surfaces a été observée et mesurée par les techniques de SEM, AFM et AFAM. Les analyses de rugosité ont été faites par Senseur Mécanique, par Optique Interférentielle et par AFM. L'adhérence des dépôts métalliques a été mesurée par la méthode de la Bande Adhésive sur Coupe Croisée (ASTM D-3359), les essais Pull Off. (ASTM D4541-02) et Peel Off (ASTM B533 A).

Les dépôts les plus adhérents ont été obtenus avec un prétraitement « Optophysique » et une pré-métallisation par « DCP ». Les valeurs d'adhérence obtenues sont supérieures à celle des dépôts obtenus par le procédé traditionnelle « Electroless ». Le « Traitement Optothermique » a permis une gravure sélective de la surface de l'ABS en utilisant des lasers de faible puissance.

http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/56/44/98/PDF/TE-SIS_VERSION_FINAL.pdf

DEPOTS NANOCOMPOSITES

La société MesoCoat's a développé une série de dépôts PcomP combinant des céramiques sous formes de nanoparticules avec un lien métallique. La structure de l'ensemble est organisée selon une structure particulière qui confère aux dépôts de très bonnes propriétés de dureté et de ténacité. Ces revêtements ont été à l'origine développés avec le support de l'US army pour améliorer les performances des moteurs diesel en réduisant les pertes thermiques par frottement. Les revêtements sont réalisés par projection thermique avec des vitesses de déposition élevées. Parmi les variantes commercialisées :

- Le PcomP T HT est un cermet Titane, à très bas coefficient de frottement qui se caractérise par une très bonne résistance à la corrosion et une haute ténacité ;
- Le PcomP T HH possède une matrice à base cobalt qui présente une haute résistance à l'usure ;
- Le PcomP W dont la base est un système WC-Co.

Les ténacités et vitesse de dépositions sont réputées plus élevées que les cermets correspondant, ainsi pour le PcomP W, il est annoncé, par rapport à un carbure conventionnel à 1200-1600 HV, une ténacité 4 à 7 fois plus élevée.

www.mesocoat.com/coating_products.html

DES ACIERS SPECIAUX ET DES REVETEMENTS POUR LES VOITURES ELECTRIQUES

Une nouvelle ligne de produit a été développée par Arcelor Mittal pour s'adapter aux exigences de conception des voitures électriques, il s'agit des nuances iCARETM. Trois variantes sont proposées : acier à très basses pertes magnétiques, aciers à très hautes perméabilité et nuances pour rotors à haute vitesse. Des revêtements sont également proposés. Il s'agit de vernis qui permettent d'assurer l'isolation et d'améliorer les propriétés de découpage de la tôle. Deux variantes sont proposés avec des niveaux de résistance et tenue en température différents.

http://www.arcelormittal.com/automotive/products/iCARE/Product_offer

PROCEDE DE REVETEMENT FONCTIONNELS DE NANOCOUCHE PAR PLASMA A TEMPERATURE AMBIANTE ET A L'AIR LIBRE

Un procédé de revêtement par plasma à température ambiante et à l'air libre a été développé par le Fraunhofer institute for manufacturing Technology and Advance Material de Brème en collaboration avec la société Plasmatrete GmbH. La principale innovation se trouve au niveau de la buse de traitement qui est conçue de manière à éviter toute pollution du dépôt malgré les conditions de fonctionnement. Cette buse reste toutefois de petite taille, elle permet l'application rapide de nanocouches sur la surface de composants avec de grandes possibilités quant à la nature des dépôts et des substrats. Compte tenu de la simplicité des conditions opératoires, les installations sont de taille réduite, facilement automatisables et les coûts d'investissement restent modérés. Le procédé est d'ores et déjà utilisé dans l'industrie automobile et dans le secteur de l'énergie pour des applications en anticorrosion et anti-âge.

<http://www.fraunhofer.de/en/press/research-news/2012/may/functional-coatings-from-the-plasma-nozzle.html>

INGENIERIE LOCALE DES MATERIAUX PAR LA MODIFICATION DES PROPRIETES DES COUCHES SUPERFICIELLES D'ALLIAGES D'ALUMINIUM UTILISANT LES TECHNIQUES RECENTES DE DEFLECTION DE FAISCEAUX D'ELECTRON.

(LOCAL MATERIALS ENGINEERING FOR THE SURFACE LAYER PROPERTIES MODIFICATION OF ALUMINIUM ALLOYS USING RECENT ELECTRON BEAM DEFLECTION TECHNIQUES).

M. Klemm, A. Rose, I. Haase, R. Zenker, A. von Hehl, R. Franke, A. Franke. *(Texte en anglais).*

Les alliages d'aluminium sont de plus en plus utilisés comme solution moderne de déchargement. Toutefois la possibilité d'utilisation de ces alliages est fortement réduite par leur capacité de charge limitée, particulièrement dans le domaine du frottement et de l'usure. Ainsi, il est du plus haut intérêt de pouvoir modifier les propriétés locales de la proche surface de ces alliages par des procédés de traitements adaptés. Le traitement local en phase liquide par bombardement d'électron (EB) utilisant les options de la déflection haute fréquence est une technologie prometteuse pour la réalisation d'ingénierie locale des matériaux. Pour cela, le principal challenge consiste en la production de couches superficielles métallurgiquement liées répondant à des exigences élevées de qualité (absence de fissures ou porosités) et, dans le même temps, réalisables par un processus efficace. A titre d'exemple divers alliages industriels ont été utilisés pour valider l'intérêt du procédé de traitement par faisceau d'électrons dans les configurations de refusion sans apport et également avec apport. Pour cette dernière éventualité le but était soit de former des alliages (additions de bases cobalt, cuivre et nickel), soit de réaliser des dispersions (addition de WC). Les résultats expérimentaux démontrent la capacité de ces procédés à générer des couches pouvant atteindre 6 mm d'épaisseur avec de nouvelles relations propriétés microstructure, particulièrement en utilisant des techniques multipoints. La comparaison avec les zones non traitées démontre un accroissement considérable des propriétés d'usure et de frottement.

HTM 1/2012, Vol. 67, pages 4 à 12.

AMELIORATION DU COMPORTEMENT EN USURE DES ALLIAGES D'ALUMINIUM AU MOYEN D'UN TRAITEMENT COMBINE D'ALLIAGE DE SURFACE PAR FUSION ET DE NITRURATION.

(ERHÖHUNG DER TRIBOLOGISCHEN BEANSPRUCHBARKEIT VON ALUMINIUM WERKSTOFFEN DURCH DIE KOMBINATION VON RANDSCHICHTUMSCHMELZLEGIEREN UND NITRIEREN).

A. Dalke, A. Buchwalder, H.-Spies, M. Klemm, H. Biermann. *(Texte en allemand).*

Les propriétés tribologiques des alliages d'aluminium peuvent être considérablement améliorées par nitruration ionique. Cependant la fine couche de nitrure d'aluminium (AlN) obtenue est susceptible de se rompre à cause de la déformation plastique du substrat aluminium. De ce fait l'usage des propriétés élevées des couches de nitrures requiert des dispositions complémentaires pour améliorer l'effet de support de la sous couche et, dans ces conditions,

les traitements par faisceau d'électron (EB) en phase liquide peuvent être utilisés.

Des essais ont été réalisés en utilisant cette technique et en procédant à un alliage de la surface (EBA) avant nitruration. Les essais ont été effectués sur un alliage de fonderie AISI10Mg et sur un alliage ouvré AlMg4.5Mn0.7. Les recherches ont porté plus particulièrement sur l'évaluation de la compatibilité des procédés par rapport à la stabilité thermique des couches obtenues par EBA à la température de nitruration (470°C) et sur leur aptitude à la nitruration. Les essais d'usure réalisés prouvent le potentiel de tels traitements combinés.

HTM 1/2012, Vol. 67, pages 13 à 21.

SOUDAGE PAR FAISCEAU D'ELECTRONS EN UTILISANT UNE TECHNOLOGIE MULTIPOINTS AVEC TRAITEMENT THERMIQUE INTEGRE POUR UNE OPTIMISATION DES STRUCTURES DES JOINTS FONTE /FONTE OU FONTE SUR ACIER.

(ELEKTRONENSTRAHL-MEHRPROZESSTECHNIK-SCHWEISSEN MIT INTEGRIERTER WARMEBEHANDLUNG ZUR GEFÜGEOPTIMIERUNG VON GUSSEISEN VON GUSSEISEN-UND GUSSEISEN/STAHL-MISCHVERBINDUNGEN).

K. Rührich, M. Mangler. *(Texte en allemand).*

La combinaison du moulage et du soudage est un axe de conception prometteur pour de nombreuses applications des industries automobiles et de la construction mécanique. Jusqu'à maintenant les fontes ont été considérées comme des matériaux non soudables ou seulement soudables en mettant en œuvre des mesures technologiques complexes impliquant par exemple le pré et post chauffage de la pièce complète et ou l'utilisation de métal d'apport. L'article présente la possibilité de minimiser les coûts de production en utilisant un soudage multipoints par bombardement d'électrons (EB) de différents couples : fonte sur fonte ; fonte sur composants en acier sans apport. L'utilisation de multipoints de fusion permet grâce à la répartition du champ thermique d'éviter les fissures et pores que l'on trouve habituellement dans ce type d'assemblage et de conduire à une structure homogène. L'accroissement de dureté dans la zone de fusion et dans la zone affectée thermiquement peut être significativement réduite.

HTM 1/2012, Vol. 67, pages 22 à 30.

DETERMINATION DE LA RELATION ENTRE DURETE ET TENACITE POUR DES CYCLES DE TRAITEMENT COURTS.

(ERMITTLUNG DER HÄRTE-ZÄHIGKEITS-BEZIEHUNG FÜR KURTZE WÄRMEBEHANDLUNGSZYKLEN).

R. Schneider, T. Schlagradl, C. Schüller, R.Grunwald. *(Texte en allemand).*

Les cycles courts de traitement thermique sont typiques des conditions de mise en œuvre des procédés de traitement de durcissement superficiels et de soudage. Ces conditions sont caractérisées par des changements rapides de la température au cours du temps et par des variations locales des cycles de traitement. Pour mesurer la relation entre la dureté et la ténacité dans de telles conditions, une nouvelle méthode d'essai, basée sur l'utilisation d'un dilatomètre de trempe et d'éprouvettes de micro-impact, a été développée. Les éprouvettes testées ne fournissent pas seulement une valeur d'impact, mais offrent également des possibilités

d'étude des structures et des surfaces de rupture.

Les matériaux objets de l'étude sont les suivants : 60WCr7, X153CrMoV12, G89 5 M Mn4Ni2,5CrMo, T 69 5 ZMn2Ni-CrMo M M1 H5. La relation entre dureté et ténacité montre une tendance similaire indépendamment des cycles thermiques, à l'exception toutefois des effets du durcissement secondaire qui n'apparaissent pas pour les temps courts de cycle. La méthode offre aussi la possibilité de comparer le comportement de différents aciers et matériaux d'apport.

HTM 1/2012, Vol. 67, pages 31 à 38.

MODELISATION DE LA RELATION ENTRE DURETE ET PARAMETRES DE REFROIDISSEMENT PAR ASPERSION D'ARBRES PIGNONS UTILISANT UNE STRATEGIE DE MODELE NEURONAL FLOU.

(MODELING THE RELATIONSHIP BETWEEN HARDNESS AND SPRAY COOLING PARAMETERS FOR PINION SHAFT USING A NEURO-FUZZY MODEL STRATEGY).

Z.Yu, K. Kuznietsov, I.Mozgova, V. Böhm, T. Gretzki. *(Texte en anglais).*

La production d'arbres pignons ayant une dureté prédéterminée passe par le challenge de la description analytique de la relation entre la dureté du pignon et les paramètres de refroidissement. Le travail présenté dans l'article tente d'établir ce type de relation en se basant sur un modèle à base radiale (RBF) de réseau neuronal. Les résultats indiquent que la relation entre la dureté des pignons et conditions de refroidissement a bien été établie en utilisant le modèle proposé. Les paramètres optimaux du traitement peuvent ainsi être sélectionnés pour réaliser le profil de dureté désiré sur la base des résultats prévus.

HTM 1/2012, Vol. 67, pages 39 à 47.

INFLUENCE DU CO OU CO₂ COMME DONNEURS DE CARBONE SUR LE DEVELOPPEMENT DE COUCHES DE COMBINAISON PENDANT LA NITROCARBURATION D'ACIERS ALLIES.

(EINFLUSS VON CO UND CO₂ ALS KOHLENSTOFFSPENDER AUF DEN VERBINDUNGSSCHICHTAUFBAU BEIM NITROCARBURIEREN LEGIERTER STÄHLE).

J. Dong, F. Hoffmann, H. Klümper-Westkamp, H. W. Zoch. *(Texte en allemand).*

La Nitrocarburation gazeuse améliore la résistance à l'usure et à la corrosion des composants. Cette amélioration est liée à la formation de la couche de combinaison. La composition et la porosité de la couche de combinaison sont les principaux facteurs qui conditionnent les propriétés de la couche superficielle. Ces éléments sont influencés par les potentiels de nitruration de cémentation et d'oxydation (K_N , K_C^B et K_O) des atmosphères utilisées. Généralement le K_N est ajusté par le rapport de l'ammoniac (NH_3) à l'hydrogène (H_2) et le potentiel carbone (K_C^B) par le rapport du monoxyde de carbone (CO) à l'oxyde de carbone (CO_2). Il en résulte un potentiel d'oxydation K_O car les éléments donneurs de carbone CO et CO_2 sont dans le même temps donneurs d'oxygène. L'étude présentée étudie l'influence du CO et du CO_2 et de leur rapport sur la constitution de la couche de combinaison. Les nitrocarburations ont été réalisées avec des additions de CO et CO_2 sur des nuances alliées (AISI4142, AISI H13, AISI 420). Les potentiels de traitement (K_N , K_C^B , K_O) ont été déterminés en utilisant des sondes à Oxygène et à Hydrogène et les couches superfi-

cielles ont été caractérisées par microscopie optique et par spectrométrie (GDOES). Les résultats mettent en évidence le rôle du CO et du CO₂ qui agissent différemment sur la croissance et la porosité des couches. Le degré d'influence dépend aussi de la composition chimique de l'acier. Les mécanismes possibles de formations des porosités sont également discutés à la lumière des résultats de l'étude.

HTM 1/2012, Vol. 67, pages 48 à 57.

ETUDE SYSTEMATIQUE DES PARAMETRES INFLUENCANT LES DEFORMATIONS LORS DE LA CEMENTATION DE ROUES DENTEES DROITES. Partie 1.

(SYSTEMATISCHE UNTERSUCHUNG VERSCHIEDENER EINFLUSSGRÖSSEN AUF DIE MASS – UND FORMÄNDERUNGEN VON EINSATZGEHÄRTETEN STIRNRÄDERN. TEIL 1).

M. Steinbacher, H. Surm, B. Clausen, Th. Lübben, F. Hoffmann. (Texte en allemand).

L'étude porte sur des roues dentées de petits modules cémentées dans un four de taille industrielle, en basse pression, avec trempe au gaz sous pression. Les paramètres dont l'influence a été étudiée sont : la conception de la charge, le transfert thermique au chauffage, la température de préchauffage, la température de cémentation, la profondeur de traitement, la teneur en carbone. Les principaux facteurs influents sont présentés et discutés et l'influence des différents facteurs sur les changements de formes et de volume des engrenages a été évaluée statistiquement.

HTM 1/2012, Vol. 67, pages 65 à 77.

ETUDE TRIBOLOGIQUE DE MONTAGES MODERNES : RECHERCHE SUR LE FROTTEMENT ENTRE UN ACIER A ROULEMENT ET LES MATERIAUX DES MONTAGES. (TRIBOLOGISCHE BETRACHTUNG MODERNER CHARGIERGESTELLE).

M. Gilbert, R. Eder, V. Uhlig, D. Trimis. (Texte en allemand).

Des mouvements relatifs se produisent entre les montages et les pièces traitées lors des chargements et pendant le traitement. Si des forces de friction empêchent ces déplacements il peut se produire à haute température des déformations. Le but de cette étude est de comparer les propriétés de tribologie des montages en acier inoxydables moulés utilisés de manière classique en traitement thermique avec celles des montages à base carbone. Alors que le frottement metal/metal montre un fort accroissement des valeurs de coefficient de frottement au dessus de 600°C, on enregistre pour les contacts 100Cr6/CFC et 100Cr6/Graphite des valeurs de coefficient de frottement proches de 0,4. L'ensemble des résultats montre l'intérêt de ces montages sur les déformations.

HTM 1/2012, Vol. 67, pages 79 à 85.

ANALYSE DES CONDITIONS DE REFROIDISSEMENT PENDANT LE TRAITEMENT THERMIQUE DE MOULES DE COULEE SOUS PRESSION EN UTILISANT LA SIMULATION PAR ELEMENTS FINIS. (ANALYSIS OF THE COOLING CONDITIONS DURING HEAT TREATMENT OF DIE CASTING DIES BY USE OF FEM SIMULATION)

S.Zinner, H. Lenger, G. Jesner, I. Siller. (Texte en anglais).

Les caractéristiques les plus importantes des matériaux et par conséquent la durée de vie des moules sont fortement influencées par les conditions de traitement thermique. Pour prendre en compte cette influence, un modèle de simulation par éléments finis a été mis en œuvre. Le but principal de ce modèle est de déterminer à minima l'évolution des températures en chaque point du matériau en fonction des caractéristiques du refroidissement. En complément, des simulations de la microstructure, des contraintes résiduelles de la matrice ont été réalisées. Le modèle prend en compte les propriétés physiques, les transformations de phase et la plasticité de transformation. Les courbes de refroidissement peuvent être déterminées selon les conditions de trempe ainsi que les quantités de phases, telles que la martensite, la bainite et l'austénite résiduelle. Une corrélation entre les conditions de refroidissement et la ténacité du matériau a été établie et elle est comparée aux résultats de l'expérience.

HTM 2/2012, Vol. 67, pages 95 à 99.

L'INFLUENCE DE LA COMPOSITION DU MILIEU DE TREMPER SUR LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT.

(THE INFLUENCE OF QUENCHANT COMPOSITION ON THE COOLING RATE).

B. Matijevic, Lj. Pedisic, L.Vlasic. (Texte en anglais).

Le milieu de trempe contient une base huile et différents types d'additifs selon les exigences d'application. Huiles minérales, huiles synthétiques et naturelles séparément ou en combinaison, peuvent être utilisées comme huiles de base. Les huiles à base minérale sont largement utilisées à cause de leur avantage de respect de stabilité en comparaison des huiles naturelles ou de celui du prix par rapport aux huiles synthétiques. De nombreux composés sont disponibles pour utilisation, mais en complément des propriétés fonctionnelles, les aspects de sécurité et d'environnement doivent être aussi pris en considération pour effectuer des choix. Ainsi les composés du baryum doivent être remplacés par des composants moins nocifs, les dérivées du pétrole devront être remplacés par des bases biodégradables. Dans ces conditions, les changements de composition des bases et des additifs se traduit par des changements dans les caractéristiques de transfert thermique. L'étude réalisée présente des résultats sur les caractéristiques physico chimiques et les caractéristiques de refroidissement des nouvelles huiles de trempe pour différentes compositions. Les courbes de refroidissement ont été évaluées selon la norme ISO 9950.

HTM 2/2012, Vol. 67, pages 101 à 105.

TRAITEMENT A BASSE TEMPERATURE DES ACIERS A OUTILS.

(COLD TREATMENT OF TOOL STEELS).

P. Stratton. (Texte en anglais).

Etude bibliographique qui étudie l'effet du traitement à basse température (DCT) sur les aciers à outils et tente de répondre à deux questions plus particulièrement pour l'acier AISI D2 (X155CrMoV12). Cette méthode présente-t-elle un intérêt du point de vue des propriétés d'emploi en particulier pour l'usure ? La transformation de l'austénite résiduelle se poursuit-elle jusqu'au 0 absolu ou proche de cette température ; ou, comme le suggère certains chercheurs, s'arrête-elle dans la zone -80 à -120°C ? L'auteur conclut qu'en

l'absence d'essais comparables on ne peut pas statuer sur l'efficacité du traitement et il considère que la transformation de l'austénite jusqu'à des températures très basse est prouvée.

HTM 2/2012, Vol. 67, pages 107 à 110.

INFLUENCE DE DIFFERENTES VOIES DE TRAITEMENT CRYOGENIQUES A BASSE TEMPERATURE SUR LES PROPRIETES D'UN ACIER RAPIDE.

(INFLUENCE OF DIFFERENT DEEP CRYOGENIC TREATMENT ROUTES ON THE PROPERTIES OF HIGH SPEED STEEL).

M. Pellizzari, D. Caliskanoglu, A. Fernandez, J.I. Barbero, B. Pena, T. Uemit, R. Pizarro Sanz, R. Elvira Eguizabal. (Texte en anglais).

Etude expérimentale sur l'influence des traitements cryogéniques (DCT) à basse température sur les propriétés de dureté, résistance, ténacité, résistance à l'usure de l'acier rapide AISI M2 (HS 6-5-2). Divers cycles de traitement ont été réalisés à -196°C pendant des temps de 6 et 20 heures après trempe et avant revenu en prenant des précautions pour minimiser la stabilisation de l'austénite. Tous les traitements ont été ajustés pour produire une dureté de 840 HV de façon à avoir, pour la comparaison des propriétés, une même référence de dureté. Les résultats de cette étude indiquent que le revenu est toujours nécessaire pour transformer l'austénite et permettre un bon durcissement secondaire. Le DCT conduit à un abaissement de la température du pic et à la nécessité d'ajuster la température de revenu en conséquence. La microstructure n'est pas notablement influencée par le DCT en termes de distribution des carbures. De même on peut conclure que les propriétés (ténacité, résistance, et tenu à l'usure) sont pratiquement les mêmes pour un niveau de dureté identique quel que soit le traitement.

HTM 2/2012, Vol. 67, pages 111 à 117.

CLADDING ET ALLIAGE PAR LASER – SIMILARITES ET DIFFERENCES.

(LASERAUFTRAGSCHWEISSEN UND LASERLEGIEREN-GEMEINSAMKEITEN GEMEINSAMKEITEN UND UNTERSCHIEDE).

R. Görgl. (Texte en allemand).

Le cladding et l'alliage laser sont deux techniques utilisées pour la modification superficielle d'outils. Elles sont principalement employées pour accroître localement la résistance à l'usure et à la corrosion. Alors que le cladding est une technologie maintenant bien établie qui a des concurrents (soudage PTA et flame gunning) l'alliage laser est une technique unique avec de grandes potentialités d'application. L'article présente les principes et les différences de ces techniques, il donne également une comparaison avec les techniques concurrentes. Enfin quelques applications sont présentées.

HTM 2/2012, Vol. 67, pages 125 à 132.

LES CINETIQUES D'ALUMINISATION A BASSE TEMPERATURE D'ACIERS DE TRAVAIL A CHAUD.

(KINETIK DER ALUMINISIERUNG VON WARMARBEITSSTÄHLEN BEI NIEDRIGEN TEMPERATUREN).

B. Matijevic, I. Kumic, T. Beli (Texte en anglais).

Les procédés d'aluminisation sont principalement conduits

à des températures supérieures à 900°C et ils peuvent durer plusieurs heures. Lorsque ce traitement est appliqué aux outils de travail à chaud il doit être effectué à des températures plus basses. La cinétique du traitement d'aluminisation a été étudiée dans la gamme de température de 550-610°C. Le traitement a été réalisé en caisse avec des teneurs en aluminium de 5 à 15% et un activateur AlCl₃. Les temps de traitement ont varié de 1 à 9 heures, une approche statistique a été utilisée et les dépôts formés ont fait l'objet d'analyse par MEB et spectroscopie (GDOS et EDX). L'étude menée a permis d'établir les cinétiques en fonction des paramètres %Al, temps et température et de montrer que les prédictions de réponse établies avec ces données étaient fiables.

HTM 2/2012, Vol. 67, pages 133 à 139.

FROTTEMENT A CHAUD ET COMPORTEMENT EN USURE D'ACIER A OUTILS POUR TRAVAIL A CHAUD NITRURE PAR PROCEDURE IONIQUE ET CEMENTE SOUS BASSE PRESSION LORS DE FROTTEMENTS CONTRE UN ALLIAGE D'ALUMINIUM 6082.

(HOT FRICTION AND WEAR BEHAVIOR OF PLASMA NITRIDED AND LOW PRESSURE CARBURIZED HOT WORK TOOL STEEL SLIDING AGAINST 6082 AL ALLOY).

M. Pellizzari, I. Siller. (Texte en anglais).

Le comportement à l'usure et le frottement à chaud d'un acier à outils (Böhler W360) sur un alliage d'aluminium 6082 a été étudié avec une configuration de test qui met en œuvre un contact entre un bloc matrice et un disque en alliage d'aluminium. Les essais sont continus et effectués à l'air. Le comportement en frottement est caractérisé grâce aux fluctuations qui indiquent une transition vers un régime de contact instable et qui se produit par suite du transfert de l'aluminium sur la matrice. La tendance à capter l'aluminium a été évaluée en mesurant la prise de masse de la matrice. La capacité à former des particules d'oxyde d'aluminium qui sont préjudiciables à l'extrusion a aussi été évaluée. L'efficacité de différents traitements de surface a été testée et en particulier la cémentation basse pression et la nitruration ionique. L'influence de l'état de surface (depuis le polissage jusqu'à l'usinage conventionnel) et de la dureté de base de l'acier (de 44 et 56 HRC) ont été évaluées. De façon générale, le traitement de surface améliore la capacité de charge de la matrice, en produisant un régime de frottement stable. La nitruration ionique (1125 HV 0.1) a un meilleur comportement que la cémentation (670 HV 0.1) qui est elle-même supérieure à l'acier de base (56 HRC, 620 HV 0.1). Les essais en version sur-revenue (44 HRC, 500 HV 0.1) confirment cette tendance. Dans les conditions d'essai, un abaissement de la rugosité ne conduit pas à une amélioration des propriétés tribologiques.

HTM 2/2012, Vol. 67, pages 140 à 147.

COMPORTEMENT EN FATIGUE DE DEPOTS DURS LORS DE CONTACTS TRIBOLOGIQUES LUBRIFIES.

(ERMÜDUNGSVERHALTEN VON HARTSTOFFSCHICHTEN IN GESCHMIERTEN TRIBOLOGISCHEN KONTAKTEN).

C. Peuker, M.Linz, E. Badisch. (Texte en allemand).

La résistance à la fatigue des dépôts et des surfaces est

un aspect clé de la durée de vie des éléments de machine. La fatigue est l'un des mécanismes dominants de l'usure à cause de l'absence de déformation plastique de l'outil et de la présence de particules abrasives lors du contact. Dans de nombreux cas le chargement cyclique conduit à de graves dommages de l'outil. Le but de l'article est de présenter une technique permettant de mettre en évidence les interactions entre le dépôt dur et les lubrifiants dans un cycle de charge proche des conditions d'application de service. L'article présente des résultats préliminaires concernant les revêtements les plus communément utilisés en combinaison avec le lubrifiant et les additifs. Le dispositif d'essai consiste en billes de carbures polies qui sont tirées à travers un échantillon revêtu en utilisant une machine d'essai de rayure. Après un nombre de cycles défini, les traces d'usure sont inspectées visuellement en utilisant un microscope optique et un microscope à balayage afin d'observer la formation et la distribution des fissures sur la surface. Pour l'estimation des pressions de contact, le modèle Hertzien a été utilisé. Une étude systématique des dépôts de TiN en combinaison avec le lubrifiant a été réalisée. Les résultats montrent que l'intensité des dommages dépend très fortement de la combinaison dépôt/Lubrifiant

HTM 2/2012, Vol. 67, pages 148 à 152.

AMELIORATION DE LA DUREE DE VIE PAR REALISATION DE TEXTURE DE SURFACE ET LUBRIFIANT SOLIDE. (KI).

O. Furikimi, M. Aramaki, K. Abe, H. Fukaura, N. Yamada.
(Texte en anglais).

Une méthodologie de texturation de surface de matrice au moyen d'un shot-peening hybride a été examinée en vue d'améliorer la durée de vie de matrices destinées à la mise en forme à froid d'aciers à haute résistance. Le shot-peening hybride consiste en un double shot peening, le premier étant réalisé avec de grosses particules, et le second avec des particules beaucoup plus fines. Les échantillons d'acier à outils pour matrices de travail à froid traités par shot peening hybride ont été testés à l'aide d'un essai consistant en un défilement de bande d'acier à haute résistance sur l'échantillon. Une pression est exercée sur la bande et l'essai est lubrifié, la tenue est évaluée par la charge conduisant à l'apparition d'écaillages sur l'outil. L'application d'un shot peening hybride conduit à une plus haute charge d'écaillage qu'un shot peening simple. Ce résultat suggère une influence de la texture. Pour caractériser cette dernière, le rapport Rfq de l'amplitude des régions de haute et basse fréquence établi par transformation de Fourier rapide (FFT) a été utilisé. Il existe une relation linéaire entre la charge d'écaillage et le rapport Rfq. La charge d'apparition d'écaillages peut être augmentée par ajout d'un lubrifiant solide à l'huile de lubrification.

HTM 2/2012, Vol. 67, pages 153 à 157.

CEMENTATION BASSE PRESSION D'ACIERS FRITES CONTENANT DU CHROME POUR DES APPLICATION D'ENGRENAGES.

(NIEDERDRUCKAUFKOHUNG VON CHROMHALTIGEN SINTERSTÄHLEN FÜR ZAHNRÄDER).

M. Dlapka, H. Danning, C. Gierl, H. Altena, G. Stetina, P. Orth. (Texte en allemand).

Depuis quelques années, les aciers de la métallurgie des poudres basés sur le préalliage de poudres du type As-

taloy CrL (fer+1,5% de Chrome) et Astaloy CrM (fer+3% de Chrome+ 0,5% Mo) deviennent très attractifs grâce aux progrès des fours de frittage utilisés dans l'industrie qui offre la possibilité d'atmosphères exemptes d'oxygène et de hautes températures. Il est possible d'abaisser les coûts grâce au chrome comme élément d'alliage comparé aux solutions traditionnelles de la métallurgie des poudres qui utilisent molybdène, nickel et cuivre. Lorsque l'on utilise des conditions appropriées pour le frittage et le traitement thermique, ces nuances au chrome permettent d'obtenir d'excellentes caractéristiques pour un coût modéré. Toutefois le traitement de ces alliages par les procédés thermochimiques conventionnels n'est pas souhaitable dans la mesure où les atmosphères contiennent de l'oxygène qui peut pénétrer dans les pores et causer des fragilisations. De plus, la trempe à l'huile conduit à cause des porosités à des opérations de lavage coûteuses. L'article étudie comme alternative à ces traitements, la cémentation sous vide avec trempe au gaz sous pression. Les résultats obtenus montrent que ces traitements sont parfaitement adaptés à ces alliages.

HTM 2/2012, Vol. 67, pages 158 à 165.

DEPOT DE NICKEL CHIMIQUE Ni-P AVEC UNE CONVERSION A BASE DE VANADIUM COMME PRETRAITEMENT SUR L'ALLIAGE DE MAGNESIUM AZ91D.

(ELECTROLESS Ni-P DEPOSITION WITH VANADIUM BASED COATING AS PRETREATMENT ON AZ91D MAGNESIUM ALLOY).

J. Dudagar, J.S. Lian, Y.Q. Liang, J.A. Liu.
(Texte en anglais).

Un dépôt de conversion à base de vanadium est proposé comme prétraitement pour le revêtement en nickel chimique Ni-P de l'alliage de magnésium AZ91D. Le substrat en alliage de magnésium est plongé dans une solution de NaVO_3 et l'influence de plusieurs paramètres est étudiée : concentration en vanadium, temps d'immersion, température du bain. Les résultats indiquent que la qualité et la performance de protection contre la corrosion du dépôt augmentent jusqu'à une limite. Au delà l'augmentation du temps conduit à l'apparition de fissures et à la réduction de la résistance à la corrosion de la couche de conversion. Les résultats de polarisation électrochimique montrent que le traitement au vanadium dans un bain contenant une concentration de 30gL^{-1} de NaVO_3 à 80°C pendant 15 à 20 min conduit à une bonne résistance à la corrosion. Ce traitement optimum a été utilisé comme prétraitement avant un dépôt de Nickel chimique Ni-P et, comparé à un traitement à base de chrome, il permet un meilleur comportement vis à vis de la corrosion.

Transaction of the Institute of Metal Finishing, Vol.90, N°3, mai 2012, pages 129 à 136.

CARACTERISATION DES COUCHES D'OXYDE SUR LES DEPOTS DE ZN ET D'ALLIAGES DE ZN. (CHARACTERISATION OF OXIDE FILMS ON ZN AND ZN ALLOY COATINGS).

R. Ramanauskas L. Gudavičiūtė, A. Kosenko, O. Girčienė, (Texte en anglais).

Le processus de formation du film d'oxyde sur les surfaces de revêtements de Zn, Zn-Co (0,6%), Zn-Fe (0,5%) et Zn-Ni (12%) lors d'une polarisation anodique en milieu bicarbonate a été étudiée. La composition, l'épaisseur, la porosité

et la capacité de protection de ces couches ont été étudiées par Rayons X, spectroscopie et mesures électrochimiques dans le but d'établir l'influence de l'effet d'alliage sur les propriétés des couches d'oxydes, notamment vis à vis de la corrosion. Les couches d'oxydes formées sur le Zn Ni présentent une faible épaisseur comparée aux autres échantillons, mais dans le même temps, elles montrent une plus grande capacité de passivation. Aucune différence significative dans la composition des couches internes de l'oxyde n'a été trouvée entre les différents échantillons. Toutefois, la porosité constatée sur les films d'oxyde du dépôt de Zinc-Nickel est plus faible que sur les autres dépôts. On peut donc penser que les couches plus fines et dans le même temps plus compactes observées sur le Zn-Ni rendent ces oxydes plus résistants

Transaction of the Institute of Metal Finishing, Volume 90, N°3, mai 2012, pages 137 à 142.

EVALUATION DES POROSITES DES DEPOTS ELECTROLYTIQUES DE NICKEL SUR ACIER DOUX UTILISANT LA SPECTROSCOPIE D'IMPEDANCE ELECTROCHIMIQUE.

(POROSITY OF NICKEL ELECTRODEPOSITS ON MILD STEEL USING ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE).

A. Juskowiak-Brenska, J. Lapinski, D. Pletcher, F.C. Walsh. *(Texte en anglais).*

La spectroscopie d'impédance enregistré au potentiel en circuit ouvert dans une solution molaire d' H_2SO_4 à 393 K offre des possibilités intéressantes pour la détection du degré de porosité dans les dépôts de nickel électrodéposés à partir d'un bain de Watts sur l'acier doux. Les données d'impédance peuvent être interprétées comme un simple circuit équivalent. La possibilité d'une estimation quantitative de la porosité à partir de ces données est envisagée.

Transaction of the Institute of Metal Finishing, Volume 90, N°3, mai 2012, pages 156 à 160.

EFFETS DES TENEURS EN IONS FER SUR LA COMPOSITION, LA MORPHOLOGIE, LA STRUCTURE ET LES PROPRIETES DE REVETEMENTS DE CHROME ELECTRODEPOSES A PARTIR D'UN NOUVEL ELECTROLYTE A BASE DE SULFATE DE CHROME TRIVALENT.

(EFFECTS OF IRON ION CONTENTS ON COMPOSITION, MORPHOLOGY, STRUCTURE AND PROPERTIES OF CHROMIUM COATINGS ELECTRODEPOSITED FROM NOVEL TRIVALENT CHROMIUM SULPHATE ELECTROLYTE).

Y. F. Jiang, F. Z. Yang, Z.Q. Tian, S.M. Zhou. *(Texte en anglais).*

Les dépôts de chrome ont été déposés à partir d'un électrolyte nouveau à base de sulfate de chrome trivalent utilisant un oxalate comme agent complexant. La spectroscopie EDS, la microscopie électronique à balayage, la diffraction de rayons, la spectroscopie de photoélectrons et le tracé des courbes de Tafel ont été utilisés pour caractériser les compositions chimiques, la morphologie des surfaces, les structures, la résistance à la corrosion et les états des éléments chimiques. Les effets du Fe_{2+} ont été étudiés en détail. Les résultats montrent que de petites quantités d'ions fer génèrent des dépôts contenant du fer. Le dépôt obtenu est en réalité une solution solide Cr-Fe présentant une mor-

phologie de surface microfissurée. L'étude en spectroscopie de photoélectrons révèle qu'un film d'oxyde de Cr(III) est présent sur la surface des dépôts et les états Cr(s) et Fe(s) ont été observés dans les revêtements. Lorsque la teneur en Fe_{2+} est augmenté dans l'électrolyte, le contenu en fer du dépôt s'accroît. Le revêtement n'est plus fissuré lorsque le contenu en fer excède 30,1% en masse. Le dépôt contenant 26,3% de fer a une structure amorphe et la plus faible activité électrochimique.

Transaction of the Institute of Metal Finishing, Volume 90, N°2, mars 2012, pages 86 à 91.

DEPOTS CHIMIQUES DE NI-P CONTENANT DES NANOPARTICULES DE KAOLIN.

(ELECTROLESS DEPOSITION OF NI-P COMPOSITE COATINGS CONTAINING KAOLIN NANOPARTICLES).

K.N. Srinivasan, P.R. Thangavelu. *(Texte en anglais).*

La capacité à codéposer des matières particulières dans une matrice de nickel chimique a conduit à une nouvelle génération de dépôts composites ayant des propriétés particulièrement intéressantes : duretés élevés, bonnes propriétés de résistance à la corrosion, à l'usure et résistance à l'oxydation. Dans cet article, les auteurs présentent la mise au point d'un dépôt composite Ni-P-Kaolin. Les propriétés et caractéristiques des revêtements ont été évaluées par MEB, spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie et diffraction de rayons X. Une bonne vitesse (de $12 \mu m h^{-1}$) de déposition a été observée pour la concentration optimale de Kaolin dans le bain de $6 g L^{-1}$. La composition du dépôt est de 81,7% de Ni ; 9,8% P et 10,5% de Kaolin. Le traitement thermique à $400^\circ C$ pendant 1 h conduit à un accroissement de dureté et de la résistance à l'usure du revêtement. La résistance à la corrosion est grandement renforcée par la présence de Kaolin. La taille des cristallites du revêtement composite est de 20 nm.

Transaction of the Institute of Metal Finishing, Volume 90, N°2, mars 2012, pages 105 à 112.

REVETEMENT DIRECT D'ALLIAGE NI-CO SUR DES SURFACES D'ALLIAGES DE TITANE PAR ELECTRODEPOSITION A GRANDE VITESSE.

(DIRECT NI-CO ALLOY PLATING OF TITANIUM ALLOY SURFACES BY HIGH SPEED ELECTRODEPOSITION).

M.S. Hussain. *(Texte en anglais).*

L'article présente un procédé innovant pour le dépôt d'alliages Ni-Co directement sur du titane sans nécessité de réaliser le prétraitement traditionnel des substrats ni le pré-dépôt d'une couche métallique intermédiaire. Traditionnellement les couches d'oxydes présentes sur la surface du titane sont dans un premier temps retirées par attaque acide, puis la surface est revêtue par une réaction de déplacement. Dans cette étude, en utilisant un flux électrolytique turbulent et en variant les densités de courant, l'alliage Ni-Co a été électrodéposé directement sur les surfaces de titane à une vitesse supérieure à $700 \mu m h^{-1}$. Des techniques FESEM et XRD ont ensuite été utilisées pour caractériser les dépôts. Les résultats obtenus confirment que ces revêtements sont homogènes de nature nanocristalline et bien liés au substrat, sans déformations ou fissures au niveau de l'interface.

Transaction of the Institute of Metal Finishing, Volume 90, N°1, janvier 2012, pages 15 à 19.

DEPOT D'ALLIAGES CUIVRE ETAIN DANS DES SOLUTIONS NON CYANUREES.

(CODEPOSITION OF CU SN ALLOYS USING NON CYANIDE ELECTROPLATING SOLUTION).

M. Asnavandi, M. Ghorbani. *(Texte en anglais).*

Une solution à base de pyrophosphate en milieu acide a été développée pour le dépôt électrolytique de bronze. En utilisant des techniques de plans d'expériences, les effets de la concentration pyrophosphate, en cuivre, en étain, de la densité de courant et du pH sur la composition de l'alliage et sur le rendement ont été étudiés. Ces résultats conduisent à retenir comme optimum pour le rendement une solution contenant : 8,04 g L⁻¹ de Cu(II) 26,36 g L⁻¹ et 113,22 g L⁻¹ de pyrophosphate à pH 3,14 travaillant à une densité de courant de 10 mAcm⁻².

Transaction of the Institute of Metal Finishing, Volume 90, N°1, janvier 2012, pages 38 à 43.

DEPOT ELECTROLYTIQUE PULSE DE NICKEL NANOCRISTALIN SUR UN ALLIAGE D'ALUMINIUM 5061 POUR DES APPLICATIONS SPATIALES.

(PULSE ELECTRODEPOSITION OF NANOCRYSTALLINE NICKEL ON AA 6061 FOR SPACE APPLICATIONS).

Pilai, M. Anju, A Rajendra, A.K Sharma. *(Texte en anglais).*

Le dépôt pulsé de nickel nanocristallin sur alliage d'aluminium 6061 a été réalisé en utilisant des pulses carré avec un temps actif de 0,1 ms et un arrêt de 0,9 ms et en utilisant un bain de Watts contenant de la saccharine comme additif. Les résultats de l'étude indiquent que la taille du grain du dépôt diminue lorsque la concentration en saccharine et/ou la densité de courant augmentent. Le pH se révèle sans effet significatif sur la taille du grain. La teneur en saccharine, lorsqu'elle augmente, change progressivement la structure qui passe d'une forte structure (200) à une double structure fine (111) (200). Il a été également observé que lorsque la taille du grain diminue, la contrainte de réseau du dépôt augmente. Les revêtements obtenus ont été caractérisés par microscopie électronique à balayage, spectroscopie, leurs propriétés optiques ont été évaluées ainsi que leur dureté et leur stabilité thermique, Ils ont également fait l'objet d'essais de frottement et de résistance à la corrosion.

Transaction of the Institute of Metal Finishing, Volume 90, N°1, janvier 2012, pages 44 à 51.

OXYDATION ELECTROLYTIQUE PAR PLASMA POUR LA PROTECTION D'ALLIAGES D'ALUMINIUM, MAGNESIUM ET TITANES.

(PLASMA ELECTROLYTIC OXIDATION FOR SURFACE PROTECTION OF ALUMINIUM, MAGNESIUM AND TITANIUM ALLOYS).

J. A. Curran. *(Texte en anglais).*

L'oxydation électrolytique par plasma peut durcir la surface de l'aluminium et permettre dans certaines applications le remplacement de l'acier. Sur le magnésium, cette technologie permet d'obtenir une protection exempte de chrome supérieure à celle qui utilise le chrome. Enfin sur les alliages de titane le procédé permet d'obtenir une bonne résistance à l'usure et à l'écaillage, ainsi qu'une surface biocompatible. Dans tous les cas le procédé permet d'obtenir des structures et des compositions qui ne peuvent pas être obtenues par les autres techniques.

Transaction of the Institute of Metal Finishing, Volume 90, N°6, novembre 2011, pages 295 à 297.

LES SYSTEMES MEMBRANAIRES DANS LES BAINS ALCALINS.

L. Thiery, F. Raulin (Coventya SA), J.C Duprat, J.C. Catonné.

La mise en évidence de l'apparition de cyanure lors de l'oxydation anodique des amines dans les bains alcalins accompagnée de la baisse régulière du rendement cathodique a favorisé le développement de techniques de séparation membranaires. Application aux bains électrolytiques alcalin de Zn – Ni à 12/15% de Ni. Le rendement est conservé à 90% contre 60 puis 30% sous 25Ah//L. La membrane doit laisser passer le courant sans chute ohmique, il s'agit de membranes échangeuses d'ions (MEI) réalisée à partir de macromolécules fonctionnalisées, anioniques ou cathodiques greffées sur un support ou de membranes poreuses, les pores sont de l'ordre du nanomètre. On distingue les membranes anioniques (MEA) ou cationiques (MEC) ou bi-polaires. Les ions se déplacent sous l'effet du champ électrique. Les membranes poreuses déjà utilisées pour séparer les ions Cr6 et Cr3 dans les bains de satinage des plastiques, elles sont utilisées dans les bains Zn-Ni pour la microfiltration et ultrafiltration lorsque la chute ohmique n'est pas supérieure à 5V. Coventya revendique des brevets sur les systèmes MEC avec anolyte acide, MEC avec anolyte alcalin, système poreux avec anolyte alcalin, système poreux avec anolyte et catolyte identiques. La technologie s'applique aux bains de Zn-Ni à 12-15% de Ni pour les revêtements en vrac de gros volume (50t/jour) sans problèmes de fragilisation par l'hydrogène.

GALVANO ORGANO Janv. Fév. 2012 N° 808 (pages 27 à 29).

COMPTE – RENDU DU CONGRES MONDIAL SUR LE TITANE. (JUIN 2011, A PEKIN)

Forte présence de la France (3ème après la Chine et le Japon). Les projets et développement français : collaboration UKTMP au Kazakhstan et Aubert et Duval, transformation de lingots à St Georges de Mons en Auvergne – forte augmentation de l'emploi du Ti dans la structure de l'AIRBUS A350 (20% du poids de la cellule train d'atterrissage compris) – développement d'outils de prédiction par SAFRAN pour les évolutions de microstructures lors des traitements thermomécaniques et thermiques – filage chez CEFIVAL – soudage laser chez AIRBUS – formage superplastique et soudage (ACB, Airbus, Dassault Aviation) "Hot Stretch Forming" "Linear Friction Welding" (ACB), procédés de fabrication directe (Dassault, école centrale de Nantes, Mécachrome), applications marines pour les canalisations d'eau de mer (DCNS) avec remplacement de pièces forgées par des pièces moulées moins onéreuses – secteur biomédical (outils et prothèses, développement par Forécreu d'un procédé de filage) – développement par PROTiP de prothèses en titane poreux favorisant la colonisation cellulaire. La Chine est devenue un acteur majeur de la filière production. Les développements d'alliages sont tirés par l'aéronautique, les nuances développées sont citées dans le texte.

Le Japon est un autre géant de production d'alliages. Des développements de nouvelles nuances et techniques d'élaboration sont conduits, notamment le procédé OS de réduction directe de l'oxyde de Ti par voie électrolytique dans un bain de sels fondus CaCl₂-CaO et des nuances à plus bas coût.

GALVANO ORGANO Janv. Fév. 2012 N° 808 (pages 32 à 33).

OPTIMISATION DE LA DUREE DE VIE DE L'ACIER REFRACTAIRE 330CB SOUS ATMOSPHERE CARBURANTE ET REDUCTRICE.

A. Fleurentin (Cetim) H. Buscail et al. (LVEEM, Clermont Université).

Communication présentée au Congrès A3TS de Grenoble des 6, 7 et 8 juin 2012, distinguée Prix de l'innovation du congrès 2012.

Partant du constat de forte dispersion des durées de vie (3 mois à 3 ans) des tapis utilisés dans les fours à tapis transporteurs en atmosphères carburantes et souvent polluées par la présence de sodium provenant des pièces traitées, l'étude porte sur l'identification des causes susceptibles de comprendre ces différences. Les observations métallographiques et analyses par diffractions de RX montre que la meilleure tenue est accompagnée de la présence d'une couche d'oxyde stable et adhérente accompagnée d'une remontée du silicium, créant une couche de silice vitreuse faisant office de barrière à la diffusion. Des perspectives de prétraitement des tapis lors de leur mise en service, par une pré-oxydation sous atmosphère Ar-H₂, sont une voie d'amélioration des durées de vie de ces tapis transporteurs.

Traitements et Matériaux N°416 (pages 25 à 31).

SOLUTIONS INTEGREES POUR LA PRODUCTION ET LE CONTROLE DES ATMOSPHERES DE RECUIT DE TUBES D'ECHANGEURS THERMIQUES.

F. Chaffotte, G. Pinte et al. Air Liquide France Industrie.

Lors des recuits de tubes il est important de ne pas modifier la composition par suite de décarburation ou recarburation. Les différents mécanismes sont rappelés. A.L propose deux solutions : 1. les atmosphères ALNAT Endo, de type endothermique diluée à l'azote (jusqu'à 70% de dilution) employées pour des débits élevés sur des fours continus de grande dimensions, les points de rosée sont abaissés ainsi que les teneurs en CO₂ avec la dilution ; 2. Les atmosphères azote hydrogène avec apport éventuel d'un hydrocarbure mieux adaptées aux faibles débits, aux fonctionnements discontinus. Un système de supervision Alnat Control calcule le potentiel carbone et le flux de carbone, un système de simulation est disponible. En production les décarburations partielles sont inférieures à 50µm, l'aspect blanc est assuré, les débits de gaz sont réduits de 20% par rapport aux atmosphères non surveillées, les dysfonctionnements (fuites, défauts de brûleurs sont détectés)

Traitements et Matériaux N° 416 (pages 32 à 38).

TRAITEMENT DE BROCHES DE GROSSES DIMENSIONS.

D. Franchi et al. (Ferioli et Gianotti), C. Galamand (Platit).

Les auteurs décrivent le traitement thermique en four sous vide d'une grosse broche creuse en acier rapide HS 6-5-2 Φ_{ext} . 224mm, Φ_{int} . 130mm L= 2060mm Poids : 420Kg

provenant de deux sources différentes acier forgé et métallurgie des poudres. Les contrôles des carbures et de la taille des grains austénitiques a été réalisée. Le TT comprend détente à 620°C 2 h, austénitisation 1180°C après préchauffe à 500 - 850 - 1050°C temps de maintien préalablement contrôlé par TC, trempe 6,5 bar pour atteindre 50 - 60°C avant revenu. 3 revenus à 550°C. Les méthodes de contrôle sont décrites : dureté, structure, déformations. L'une des broches traitées s'est rompue radialement sur toute sa longueur, cette rupture est attribuée aux tensions exercées par un manchon vissé en bout de la broche pour sa manipulation et son maintien. Le jeu de cet emmanchement trop juste a contribué à développer des contraintes source de la rupture. Les broches reçoivent un revêtement PVD en machine Platit verticale. Le cycle comprend après nettoyage un chauffage sous vide poussé 450°C, décapage par bombardement ionique, revêtement, refroidissement sous gaz neutre. Les contrôles sont effectués par calotest pour l'épaisseur, par indentation Rockwell pour l'adhérence. Les descriptions sont intéressantes par les dimensions exceptionnelles de ces broches.

Traitements et Matériaux N° 416 (pages 39 à 45).

LIGNE AUTOMATIQUE DE FOUR A POT POUR L'INDUSTRIE AERONAUTIQUE ET AUTOMOBILE.

O. Bousbain (Solo Swiss Group).

Description d'une ligne automatique de fours pots Φ : 850mm, H : 3000 m, poids charge : 1000 kg livrée en Chine, comprenant une cloche de transfert des charges, un four pot vertical pour austénitisation, cémentation, carbonituration jusqu'à 950°C, bac de trempe huile à 120°C, four pot de revenu sous N₂, machine à laver avec déshuileur. Les performances de chaque module sont décrites.

Traitements et Matériaux N° 416 (pages 20 à 22).

DEFAUTS POSSIBLES LORS DES TRAITEMENTS DE NITRURATION ET NITROCARBURATION DES ACIERS ET DES FONTES.

C. Leroux, A. Fleurentin.

Dans la première partie les défauts sont décrits et leurs causes et mécanismes d'apparition développés, dans la seconde partie les relations avec les conditions du process sont envisagées.

Ces 2 articles complètent les articles sur les défauts de cémentation-carbonituration et trempe superficielle par induction.

Traitements et Matériaux N° 415 (pages à) et 416 (pages 32 à 38).

Comité de rédaction : C. Brault, C. Leroux, F. Raulin, C. Tournier.