



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique Et Populaire  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة العربي التبسي - تبسة

Université Larbi Tébessi – Tébessa –

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie mécanique

## MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du **diplôme de Master Académique**

En : **Génie mécanique**

**Spécialité : Génie des matériaux**

Par : (LATRECHE Rima et BOUAOUNE Asma)

**Sujet**

**Apport de la Sonde à Oxygène à la Détermination  
du Potentiel Carbone au Cours de la Cémentation  
en Phase Gazeuse**

Présenté et soutenu publiquement, le 12 Juin 2022, devant le jury composé de :

Mr. DIHA Abdellah	M.C. A	Université de Tébessa	Président
Mr. TORCHANE Lazhar	Professeur	Université de Tébessa	Rapporteur
Mr. LAOUADI Bouzid	M.C.B	Université de Tébessa	Examineur

**Promotion : 2021/2022**

## REMERCIEMENTS

*Nous remercions ALLAH LE TOUT PUISSANT de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer notre mémoire.*

*Ce travail n'aurait certainement jamais vu le jour sans l'aide, le soutien et le dévouement de certaines personnes.*

*Je tiens à remercier vivement mon encadreur, Monsieur TORCHANE LAZHAR, Professeur à l'université de TEBESSA d'avoir accepté d'être rapporteur de ce mémoire. Qu'il trouve ici l'expression de ma très cordiale gratitude pour les conseils, le soutien et les encouragements qu'il m'a dispensé au cours de la réalisation de ce travail.*

*Je tiens à remercier très vivement les membres de jury de soutenance de ce mémoire :*

- *Monsieur A. DIHA, MCA à l'Université de TEBESSA, qui m'a fait l'honneur de présider le jury de soutenance.*
- *Monsieur B. LAOUADI, MCB à l'Université de TEBESSA, d'avoir accepté d'être Examineur.*

*J'exprime mes remerciements à tous les enseignants du département de génie mécanique, notamment les enseignants de la spécialité de génie des matériaux.*

*Merci*



## *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail tout d'abord :*

*A ma très chère mère*

*Quoi que je fasse ou que je dise, je ne saurai point te remercier  
comme il se doit. Ton affection me couvre, ta bienveillance me  
guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force  
pour affronter les différents obstacles.*

*A mon très cher père*

*Tu as toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager.  
Que ce travail traduit ma gratitude et mon affection.*

*A mon cher frère*

*Mohamed*

*Et mes belles sœurs*

*Sana, Asma et Romaïssa*

*A mon fiancé Yassine*

*Qui n'a cessé de me conseiller, de m'encourager et de me soutenir  
tout au long de mes études.*

*Que dieu le protège et lui accorde succès et bonheur.*

*A Toute ma famille*

*Sans oublier Bouaoune Asma*

*Pour son soutien moral, sa patience  
et sa compréhension tout au long de ce projet.*

*A tous ceux que j'aime.*

*Merci !*

***LATRECHE RIMA***



## *Dédicaces*

*Au propriétaire d'une biographie parfumée, qui a eu le premier crédit  
pour mes études supérieures (mon père)*

*A celle qui m'a mis sur le chemin de la vie et a pris soin de moi  
(ma chère mère).*

*A mon fiancé, qui a été marqué par de nombreux obstacles et  
difficultés,*

*A mon binôme Rima Latreche qui a été mon soutien après ma mère*

*A mes frères et ma petite sœur*

*A tous mes chers professeurs.*

*Je vous dédie mon mémoire de fin d'études, en espérant qu'il vous plaira.*

*BOUAOUNE ASMA*





TABLE  
DES  
MATIERES

**TABLE DES MATIERES**

<b>Remerciements</b>	<b>I</b>
<b>Dédicaces</b>	<b>II</b>
<b>Table des matières</b>	<b>VI</b>
<b>Liste des figures</b>	<b>VII</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>IX</b>
<b>Résumé</b>	<b>X</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE</b>	<b>01</b>
<b>CHAPITRE I : ETAT DE L'ART SUR CEMENTATION GAZEUSE</b>	
<b>I.1. INTRODUCTION</b>	<b>05</b>
<b>I.2. GENERALITES SUR LA CEMENTATION</b>	<b>05</b>
<b>I.2.1. Définition de la cémentation.</b>	<b>05</b>
<b>I.2.2. Principe de la cémentation.</b>	<b>05</b>
<b>I.2.3. Types de cémentation.</b>	<b>07</b>
<b>I.2.3.1. Cémentation solide.</b>	<b>07</b>
<b>I.2.3.2. Cémentation liquide.</b>	<b>07</b>
<b>I.2.3.3. Cémentation gazeuse.</b>	<b>07</b>
<b>I.3. CEMENTATION EN PHASE GAZEUSE</b>	<b>07</b>
<b>I.3.1. Définition et principe.</b>	<b>07</b>
<b>I.3.2. Les aciers de cémentation.</b>	<b>09</b>
<b>I.3.3. Atmosphère de cémentation.</b>	<b>09</b>
<b>I.3.3.1. Génération des atmosphères.</b>	<b>09</b>
<b>I.3.3.2. Définition du potentiel carbone.</b>	<b>12</b>
<b>I.3.3.3. Contrôle et régulation des atmosphères.</b>	<b>15</b>
<b>I.3.4. Enrichissement en carbone.</b>	<b>22</b>
<b>I.3.4.1. Diffusion.</b>	<b>23</b>
<b>I.3.5. Obtention du gradient de propriétés mécaniques.</b>	<b>23</b>
<b>I.3.5.1. Profil de concentration en carbone et profil de microdureté.</b>	<b>23</b>
<b>I.3.5.2. Influence de la concentration en carbone.</b>	<b>25</b>
<b>I.3.5.3. Influence des éléments d'alliage.</b>	<b>26</b>
<b>I.4. CONCLUSION</b>	<b>27</b>

---

## **CHAPITRE II : METHODOLOGIE EXPERIMENTAL**

<b>II.1. INTRODUCTION</b>	<b>30</b>
<b>II.2. DESCRIPTION DU PROCESSUS EXPERIMENTAL</b>	<b>30</b>
<b>II.2.1. Dispositif expérimental.</b>	<b>30</b>
<b>II.2.2. Préparation des échantillons avant et après traitement.</b>	<b>31</b>
<b>II.2.3. Le calibrage de la sonde oxygène</b>	<b>32</b>
<b>II.2.4. Méthode d'étalonnage et calcul du potentiel carbone.</b>	<b>33</b>
<b>II.2.3.1. Etalonnage de la sonde.</b>	<b>33</b>
<b>II.2.3.2. Calcul de la pression partielle d'oxygène.</b>	<b>35</b>
<b>II.2.3.3. Calcul l'activité du carbone.</b>	<b>36</b>
<b>II.2.5. Caractérisation des échantillons après cémentation.</b>	<b>37</b>
<b>II.2.4.1. Observation métallographique.</b>	<b>37</b>
<b>II.2.4.2. Mesure de la microdureté Hv.</b>	<b>37</b>
<b>II.2.4.3. L'analyse par microsonde électronique de Castaing.</b>	<b>38</b>
<b>II.3. CONCLUSION</b>	<b>40</b>

## **CHAPITRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION**

<b>III.1. INTRODUCTION</b>	<b>43</b>
<b>III.2. TRAITEMENTS DE PREOXYDATION ET DE CEMENTATION</b>	<b>43</b>
<b>III.3. ESSAIS DE PREOXYDATION ET DE CEMENTATION DE L'ACIER 27MC5</b>	<b>44</b>
<b>III.3.1. Essai N°1 (repère Ren 5).</b>	<b>44</b>
<b>III.3.2. Essai N°2 (repère Ren 6).</b>	<b>46</b>
<b>III.3.3. Essai N°3 (repère Ren 7).</b>	<b>48</b>
<b>III.3.4. Essai N°4 (repère Ren 8).</b>	<b>50</b>
<b>III.4. COMPARAISON ET INTERPRETATION DES RESULTATS</b>	<b>52</b>
<b>III.4.1. Essai de thermogravimétrie.</b>	<b>52</b>
<b>III.4.2. Profils de concentration en carbone.</b>	<b>53</b>
<b>III.4.3. Observation métallographique.</b>	<b>54</b>
<b>III.4.4. Profils de microdureté.</b>	<b>56</b>
<b>III.4.5. Influence de la couche d'oxyde sur la cinétique de diffusion du carbone.</b>	<b>57</b>
<b>III.5. CONCLUSION</b>	<b>60</b>
<b>CONCLUSION GENERALE</b>	<b>63</b>
<b>REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUES</b>	<b>65</b>



**LISTE**  
**DES**  
**FIGURES**



## LISTE DES FIGURES

<b>Figure I.1 :</b>	Phases de cémentation	<b>06</b>
<b>Figure I.2 :</b>	Evolution de la dureté en fonction de la teneur en carbone pour divers taux de martensite.	<b>08</b>
<b>Figure I.3 :</b>	Oxydation du méthane en fonction du facteur d'air à 1050 °C. calcul à l'équilibre thermodynamique.	<b>09</b>
<b>Figure I.4 :</b>	Evolution de la température de point de rosée en fonction du potentiel carbone $P_{CO} = 0.2 \text{ atm}$ et $P_{H_2} = 0.40 \text{ atm}$ (pression totale=1 atm).	<b>13</b>
<b>Figure I.5 :</b>	Evolution de la fraction molaire de $CO_2$ en fonction du potentiel carbone $P_{CO} = 0.20 \text{ atm}$ et $P_{H_2} = 0.40 \text{ atm}$ (pression totale=1 atm).	<b>14</b>
<b>Figure I.6 :</b>	Evolution de la pression partielle de dioxygène en fonction du potentiel Carbone (pression totale=1 atm).	<b>14</b>
<b>Figure I.7 :</b>	Ringard d'introduction du clinquant.	<b>15</b>
<b>Figure I.8 :</b>	Schéma de principe de l'analyseur à infrarouge.	<b>16</b>
<b>Figure I.9 :</b>	Centrale de prélèvement pour échantillon gazeux destiné à un analyseur par infrarouge.	<b>17</b>
<b>Figure I.10 :</b>	Schéma d'appareil de mesure de température de rosée par variation d'impédance à la suite d'une condensation.	<b>19</b>
<b>Figure I.11 :</b>	Schéma de principe d'une sonde à oxygène.	<b>19</b>
<b>Figure I.12 :</b>	Représentation schématique du profil de concentration en carbone et du profil de microdureté d'un acier cémenté.	<b>23</b>
<b>Figure I.13 :</b>	Influence de la teneur en carbone et des éléments d'alliage sur la température $M_s$ et sur la quantité d'austénite résiduelle.	<b>25</b>
<b>Figure II.1 :</b>	Représentation schématique du dispositif expérimental de cémentation.	<b>31</b>
<b>Figure II.2 :</b>	Courbe d'étalonnage expérimentale obtenue au moyen de la sonde à oxygène dans l'intervalle de température : 743 – 794°C.	<b>34</b>
<b>Figure II.3 :</b>	Courbe d'étalonnage expérimentale obtenue au moyen de la sonde à oxygène dans l'intervalle de température : 900 – 950°C.	<b>35</b>
<b>Figure II.4 :</b>	Dispositif de Microscope optique.	<b>37</b>
<b>Figure II.5 :</b>	Microdureté Vickers.	<b>38</b>

<b>Figure II.6 :</b>	Volume d'interaction lors du bombardement d'une cible par un faisceau d'électrons.	<b>38</b>
<b>Figure III.1 :</b>	Variation expérimentale de la courbe de prise de masse de l'échantillon 27MC5 préoxydé à 750°C et cémenté à 908°C.	<b>44</b>
<b>Figure III.2 :</b>	Variation du signal sonde en fonction du temps de l'échantillon 27MC5 préoxydé à 750°C et cémenté à 908°C.	<b>44</b>
<b>Figure III.3 :</b>	Variation du potentiel carbone en fonction du temps de cémentation de l'acier 27MC5.	<b>46</b>
<b>Figure III.4 :</b>	Variation expérimentale de la courbe de prise de masse de l'échantillon 27MC5 préoxydé à 750°C et cémenté à 900°C.	<b>47</b>
<b>Figure III.5 :</b>	Variation du signal sonde en fonction du temps de l'échantillon 27MC5 préoxydé à 750°C et cémenté à 900°C.	<b>47</b>
<b>Figure III.6 :</b>	Variation expérimentale de la courbe de prise de masse de l'échantillon 27MC5 cémenté à 900°C.	<b>49</b>
<b>Figure III.7 :</b>	Variation du signal sonde en fonction du temps de l'échantillon 27MC5 cémenté à 900°C.	<b>49</b>
<b>Figure III.8 :</b>	Variation expérimentale de la courbe de prise de masse de l'échantillon 27MC5 cémenté à 900°C.	<b>50</b>
<b>Figure III.9 :</b>	Variation du signal sonde en fonction du temps de l'échantillon 27MC5 cémenté à 900°C.	<b>50</b>
<b>Figure III.10 :</b>	Variation du potentiel carbone en fonction du temps de cémentation de l'acier 27MC5.	<b>51</b>
<b>Figure III.11 :</b>	Superposition des courbes de prise de masse des échantillons 27MC5 en fonction du temps.	<b>52</b>
<b>Figure III.12 :</b>	Profils de concentration en carbone de l'acier 27MC5 préoxydé à 750°C et cémenté à 900°C.	<b>54</b>
<b>Figure III.13 :</b>	Micrographie optiques relatives aux échantillons REN7 et REN8.	<b>55</b>
<b>Figure III.14 :</b>	Profils de microdureté relatifs à l'acier 27MC5 préoxydé à 750°C et cémenté à 900°C.	<b>56</b>
<b>Figure III.15 :</b>	Micrographie optiques sans attaque de l'acier 27MC5 préoxydé et cémentite.	<b>58</b>



**LISTE**  
**DES**  
**TABLEAUX**

**LISTE DES TABLEAUX**

<b>Tableau I.1 :</b>	Oxydation du méthane à 1050 °C. Calcul de la composition molaire (%) de la phase gazeuse au maximum de CO ( $n_a = 0,24$ ).	<b>10</b>
<b>Tableau I.2 :</b>	Calcul théorique de la composition volumique gazeuse obtenue à partir de la décomposition thermique du méthanol.	<b>11</b>
<b>Tableau I.3 :</b>	Moyen de contrôle du potentiel carbone en cémentation atmosphérique.	<b>21</b>
<b>Tableau II.1 :</b>	Composition chimique d'acier 27MnCr5.	<b>31</b>
<b>Tableau II.2 :</b>	Condition d'analyse du carbone.	<b>39</b>
<b>Tableau III.1.a :</b>	Conditions opératoires des traitements de préoxydation et de cémentation de l'acier 27MC5. (Oxydation- Chauffage- Maintien- Cémentation).	<b>43</b>
<b>Tableau III.1.b :</b>	Conditions opératoires des traitements de préoxydation et de cémentation de l'acier 27MC5. (Oxydation- Chauffage- Maintien- Cémentation).	<b>43</b>
<b>Tableau III.2 :</b>	Résultat des calculs des potentiel carbone relatifs aux différents essais réalisés.	<b>51</b>
<b>Tableau III.3 :</b>	Flux de carbone calculé au début du traitement de cémentation entre 10 et 20 minutes.	<b>53</b>
<b>Tableau III.4 :</b>	Flux de carbone vers la fin de traitement de cémentation entre 100 et 110 minutes.	<b>53</b>
<b>Tableaux III.5 :</b>	Résultats des analyses microsonde, des observations métallographiques et des calculs du potentiel carbone relatifs aux différents essais réalisés.	<b>56</b>
<b>Tableau III.6 :</b>	Epaisseurs moyennes de la couche d'oxyde des divers traitements de cémentation réalisés sur l'acier 27MC5.	<b>58</b>
<b>Tableau III.7 :</b>	Résultats caractéristiques obtenus après préoxydation à 750°C – Chauffage + Maintien 900°C et Cémentation à 900°C.	<b>59</b>

## ملخص

يتطلب مراقبة نقل الكربون وإدارته أثناء عملية الكربنة معرفة آليات نقل الكربون في الطور الغازي، فيتمثل الهدف الرئيسي للعمل المقدم في هذه الأطروحة هو وضع منهجية تجريبية تسمح بتحديد دقيق لإمكانات الكربون أثناء كربنة الفولاذ 27MC5 عند درجة حرارة 900مئوية.

لتحقيق هذا الهدف، اخترنا تسليط الضوء على مساهمة مسبار الأكسجين في التحديد الدقيق لإمكانات الكربون على سطح الفولاذ الأسمنتي.

يتم تقديم طريقة الحساب في هذه الأطروحة. تم التحقق من صحتها بشكل تجريبي من اختبارات ما قبل الأكسدة والكربنة التي أجريت في نطاق درجة الحرارة (750 درجة - 908 درجة مئوية).

نتائج الخصائص المختلفة التي تم الحصول عليها بواسطة الميكروسكوب والميكروسكوب الإلكتروني تتوافق تمامًا مع نتائج القياسات التي تم الحصول عليها بواسطة مسبار الأكسجين.

## RESUME

Le contrôle et le pilotage de transfert de carbone au cours de la cémentation nécessite la connaissance des mécanismes de transfert de carbone en phase gazeuse, L'objectif principal du travail présenté dans ce mémoire consiste principalement à mettre en place une méthodologie expérimentale permettant la détermination précise du potentiel carbone au cours de la cémentation de l'acier 27MC5 à la température de 900°C.

Pour atteindre cet objectif, nous avons choisi de mettre en évidence l'apport de la sonde à oxygène pour la détermination précise du potentiel carbone à la surface de l'acier cémenté.

Une méthode de calcul est présentée dans ce mémoire. Elle est validée expérimentalement à partir d'essais de préoxydation et de cémentation réalisées dans l'intervalle de température (750°- 908°C).

Les résultats des différents caractérisation obtenus par microdureté, microscopie optique et microsonde électronique sont en parfait accord avec les résultats des mesures obtenus par la sonde à oxygène.

## Abstract

The control and management of carbon transfer during carburizing requires knowledge of carbon transfer mechanisms in the gas phase. The main objective of the work presented in this thesis consists mainly in setting up an experimental methodology allowing the precise determination of the carbon potential during cementation of 27MC5 steel at a temperature of 900°C.

To achieve this objective, we have chosen to highlight the contribution of the oxygen probe for the precise determination of the carbon potential at the surface of case-hardened steel.

A calculation method is presented in this thesis. It is validated experimentally from pre-oxidation and carburizing tests carried out in the temperature range (750°-908°C).

The results of the different characterizations obtained by microhardness, optical microscopy and electron microprobe are in perfect agreement with the results of the measurements obtained by the oxygen probe.



**INTRODUCTION  
GENERALE**

## **INTRODUCTION GENERALE**

Les traitements de cémentation et carbonitruration des aciers font partie de l'ensemble des traitements superficiels des matériaux métalliques qui ont pour but de développer en surface des contraintes de compression. Cette mise en précontrainte de la surface affecte une couche superficielle dont l'épaisseur dépend des mécanismes mis jeu et du procédé mis en œuvre. Cette épaisseur varie de quelques dizaines de nanomètres (implantation ionique) à quelques millimètres (traitements thermiques superficiels et traitements thermochimiques).

L'objectif général de cette mise en compression de la surface est d'accroître la résistance à l'initiation et à la propagation des fissures. Sur le plan pratique, il s'agit par exemple d'améliorer la résistance à la fatigue (acier-alliage de titane) ou la résistance à la corrosion sous contrainte (aciers inoxydables).

Les traitements de diffusion de carbone et de l'azote permettent de développer à la surface des matériaux des contraintes de compression associées à une dureté élevée. L'enrichissement en carbone pendant le traitement de cémentation et/ou en azote et carbone pendant le traitement de carbonitruration est réalisé à haute température en phase austénitique suivie d'une trempe. L'optimisation des traitements de cémentation et ou de carbonitruration est obtenue en adoptant à la nuance de l'acier le profil de concentration en carbone et en azote et carbone.

Il est donc important de maîtriser les paramètres du procédé (composition de gaz, potentiel carbone, profondeur de pénétration etc.). Ces paramètres sont, avec la trempabilité de l'acier et les lois de refroidissement de la pièce au cours de la trempe, fondamentaux ce sont eux qui conditionnent le profil de distribution des contraintes superficielles, la dureté et la ténacité de la couche.

Les procédés de cémentation et de carbonitruration mettant en œuvre une réaction gaz solide sont aujourd'hui les plus performants tant du point de vue métallurgique que du point de vue économique ou protection de l'environnement. Ces procédés font intervenir des réactions hétérogènes gaz-solide à la surface de l'acier traité ainsi que des phénomènes de diffusion-précipitation dans la phase solide. Un contrôle rigoureux de la réaction gaz/solide de permet d'obtenir après traitement les caractéristiques métallurgiques visées.

L'objectif principal de notre mémoire consiste à mettre en évidence l'apport de la sonde à oxygène pour la détermination du potentiel carbone au cours de la cémentation de l'acier 27MC5.

L'optimisation des paramètres du procédé de cémentation nécessite le contrôle en temps réel de la concentration en carbone à la surface de l'acier cémenté. Un mauvais contrôle conduit à la formation de suie, de la cémentite et de l'austénite résiduelle. Ces phases sont indésirables.

Il est donc nécessaire de disposer d'un procédé de cémentation performant qui assure un traitement homogène sur toute la surface de la charge et ceci avec une cinétique d'enrichissement en carbone maximale.

Nous avons donc jugé utile de mettre en place une méthodologie expérimentale permettant le calcul précis du potentiel carbone, de réaliser sur l'acier 27MC5 différents traitements de cémentation dans des conditions différentes et enfin de mettre en évidence l'influence de la couche d'oxyde préalablement formée à la température de 750°C sur la cinétique de diffusion du carbone notamment sur le gradient de concentration en carbone et sur le gradient de dureté.

Notre mémoire est constitué de trois chapitres :

Le premier chapitre présente essentiellement un état de l'art sur la cémentation en phase gazeuse des aciers : oxydation, principe, procédés, paramètres. Il présente également quelques méthodes expérimentales utilisées. Il s'agit principalement du microscope optique, de la microsonde électronique de Castaing et de la microdureté Vickers. Pour le contrôle et la régulation des atmosphères de cémentation et enfin les caractéristiques métallurgiques.

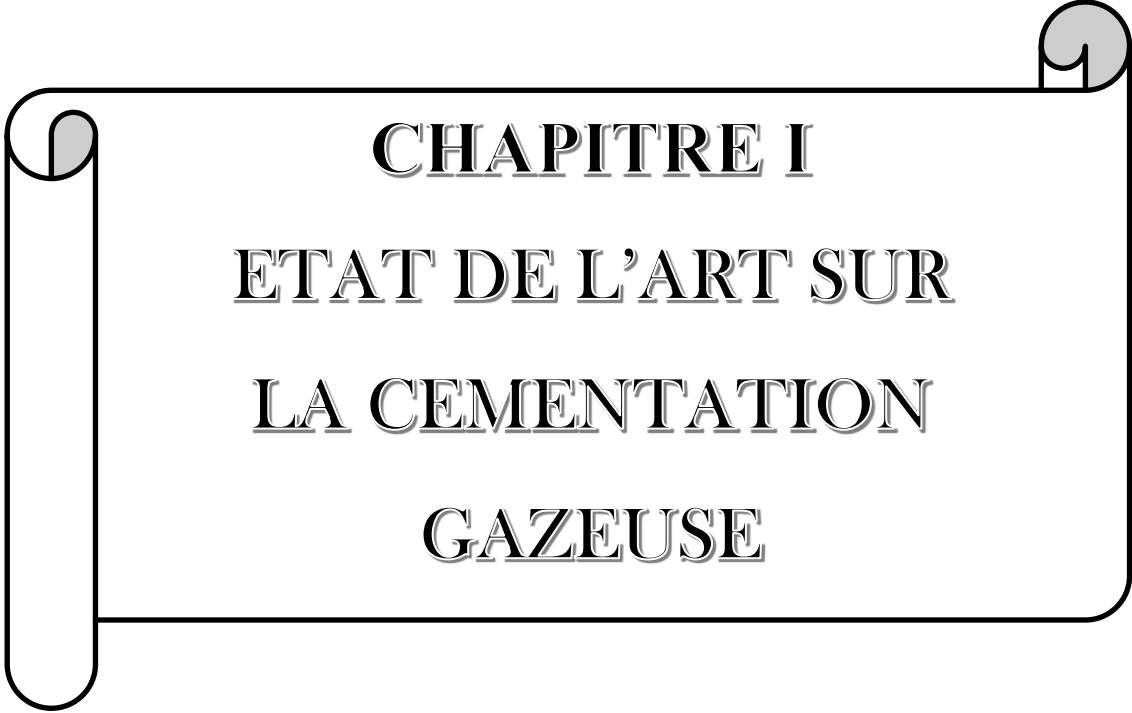
Le deuxième chapitre dans une première partie présente :

- Une description de l'installation d'essai de cémentation (thermobalance, four, sonde à oxygène, atmosphères gazeuse etc...).
- La méthode de calibration de la sonde à oxygène.
- Les courbes d'étalonnage, ainsi que la méthodologie de calcul du potentiel carbone.

La deuxième partie de ce chapitre est réservée aux appareillages utilisés pour la caractérisation des échantillons cémentés.

Le troisième chapitre de ce mémoire est consacré aux résultats expérimentaux et discussions.





**CHAPITRE I**  
**ETAT DE L'ART SUR**  
**LA CEMENTATION**  
**GAZEUSE**

## **CHAPITRE I : ETAT DE L'ART SUR CEMENTATION GAZEUSE**

<b>I.1. INTRODUCTION</b>	<b>05</b>
<b>1.2. GENERALITES SUR LA CEMENTATION</b>	<b>05</b>
<b>I.2.1. Définition de la cémentation.</b>	<b>05</b>
<b>I.2.2. Principe de la cémentation.</b>	<b>05</b>
<b>I.2.3. Types de cémentation.</b>	<b>07</b>
<b>I.2.3.1. Cémentation solide.</b>	<b>07</b>
<b>I.2.3.2. Cémentation liquide.</b>	<b>07</b>
<b>I.2.3.3. Cémentation gazeuse.</b>	<b>07</b>
<b>I.3. CEMENTATION EN PHASE GAZEUSE</b>	<b>07</b>
<b>I.3.1. Définition et principe.</b>	<b>07</b>
<b>I.3.2. Les aciers de cémentation.</b>	<b>09</b>
<b>I.3.3. Atmosphère de cémentation.</b>	<b>09</b>
<b>I.3.3.1. Génération des atmosphères.</b>	<b>09</b>
<b>I.3.3.2. Définition du potentiel carbone.</b>	<b>12</b>
<b>I.3.3.3. Contrôle et régulation des atmosphères.</b>	<b>15</b>
<b>I.3.4. Enrichissement en carbone.</b>	<b>22</b>
<b>I.3.4.1. Diffusion.</b>	<b>23</b>
<b>I.3.5. Obtention du gradient de propriétés mécaniques.</b>	<b>23</b>
<b>I.3.5.1. Profil de concentration en carbone et profil de microdureté.</b>	<b>23</b>
<b>I.3.5.2. Influence de la concentration en carbone.</b>	<b>25</b>
<b>I.3.5.3. Influence des éléments d'alliage.</b>	<b>26</b>
<b>I.4. CONCLUSION</b>	<b>27</b>

## CHAPITRE I

### ETAT DE L'ART SUR LA CEMENTATION EN PHASE GAZEUSE

#### I.1. INTRODUCTION

Ce chapitre présente quelques généralités concernant la cémentation en phase gazeuse.

La première partie explique le principe de traitement de cémentation, les atmosphères de cémentation, quelques méthodes pour le contrôle et régulation de ces atmosphères et enfin les caractéristiques métallurgiques à prendre en compte pour réaliser un traitement de cémentation de bonne qualité.

La deuxième partie constitue la base de notre étude, elle comprend un aperçu sur les mécanismes physico-chimiques de transfert de carbone en phase austénitique et à l'interface gaz/solide durant la cémentation par l'oxyde de carbone et par l'hydrocarbure.

#### I.2. GENERALITES SUR LA CEMENTATION

##### I.2.1. DEFINITION

La cémentation usuelle effectuée sur pièce à sa forme définitive est une opération métallurgique qui comprend essentiellement l'enrichissement des couches superficielles en carbone dans le but d'améliorer les propriétés d'usage de la pièce par durcissement superficiel. Sous sa forme la plus générale, ce traitement métallurgique comprend les trois fonctions distinctes suivantes :

1° Réaction chimique à haute température du milieu ambiant sur la surface de la pièce avec fixation de carbone.

2° Simultanément diffusion du carbone dans les couches superficielles de l'acier qui est à l'état austénitique.

3° Traitement thermique consécutif ayant pour effet, par le mécanisme de la trempe, de durcir les couches cémentées <sup>[1]</sup>.

##### I.2.2. Principe de la cémentation

Les pièces à cémenter sont mises en présence d'un corps riche en carbone. Celui-ci peut être solide, liquide ou gazeux. L'ensemble est porté à une température élevée (875° à 925° C) nécessaire à la diffusion du carbone.

La cémentation s'effectue en trois temps (**Figure I.1**).

- Production du carbone
- Absorption du carbone à la surface de la pièce.
- Diffusion du carbone à l'intérieur de la pièce. La teneur souhaitée de carbone en surface est comprise entre 0.7 et 0.9 % de carbone.

La profondeur de la couche cémentée et la rapidité de l'opération sont fonction des trois paramètres suivants :

- Le pouvoir cémentant caractérisé par son potentiel carbone.
- La cinétique de réaction gaz-métal.
- La diffusion du carbone dans l'acier.

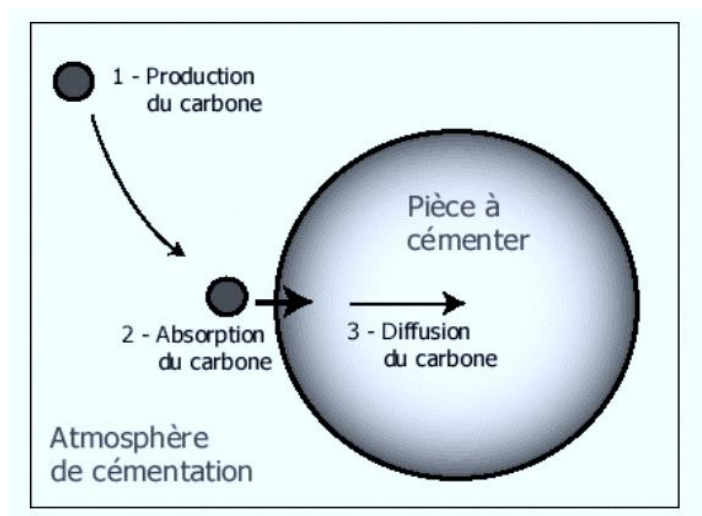


Figure I.1 : Phases de cémentation [1].

### I.2.3. TYPES DE CEMENTATION

Il existe trois modes essentiels de cémentation soit par agents solides contenant une concentration forte en carbone (cémentation en caisse), par gaz ou par agents liquides [2].

#### I.2.3.1. Cémentation solide

L'agent de saturation dans cette opération est un ciment solide, le plus souvent le charbon de bois. Pour accélérer la cémentation, on ajoute au charbon des activants dont le carbonate de baryum  $\text{BaCO}_3$  et le carbonate de sodium  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  à raison de 10 à 40 % du poids du charbon. Le ciment solide largement utilisé se compose de charbon de bois, de 20 à 25% de  $\text{BaCO}_3$  et jusqu'à 3.5% de  $\text{CaCO}_3$ .

Les pièces sont placées dans des caisses soudées en acier, ou plus rarement, en fonte. La température de cémentation varie de 900 à 940 °C. Après cémentation, les caisses ne sont ouvertes qu'après leur refroidissement à l'air jusqu'à 400 ou 500°C. Le carbone atomique est obtenu de la manière suivante :



L'addition du carbonate rend le ciment beaucoup plus actif et enrichit l'atmosphère carburante en oxyde de carbone :



### ***1.2.3.2. Cémentation liquide***

Les pièces sont plongées dans un bain de sel fondu à base de cyanure de baryum et de sodium vers 980°C. Cette technique relativement simple de mise en œuvre permet un chauffage homogène et une action chimique régulière.

### ***1.2.3.3. Cémentation gazeuse***

La cémentation gazeuse est la plus employée. Elle se fait industriellement à partir d'atmosphères obtenues par instillation et décomposition à chaud d'hydrocarbures, atmosphère.

Le potentiel carbone d'une atmosphère est défini comme étant « la teneur en carbone à la surface d'un échantillon de fer pur en équilibre avec le milieu de cémentation considérée dans les conditions retenues ». Il y a carburation si, initialement l'activité du carbone dans le métal est inférieure au potentiel carbone de l'atmosphère. Dans le cas inverse, il y a décarburation du métal. Quand ces deux variables sont égales le système est à l'équilibre et n'évolue pas. Les gaz tels que l'oxyde de carbone et le méthane réagissent à chaud à la surface de l'acier, de telle sorte que le carbone libéré s'insère dans le réseau cubique à face centrée du fer.

- Différents équilibres peuvent intervenir en cémentation gazeuse



CO : monoxyde de carbone introduit dans le four. Après dissociation les produits formés sont  
C $\gamma$  : carbone présent dans la phase austénite.  
CO $_2$  : dioxyde de carbone.



CH $_4$  : méthane introduit dans le four ; après dissociation les produits formés sont  
C $\gamma$  : carbone présent dans la phase austénite.  
H $_2$  : hydrogène.

Au cours de la cémentation, il peut y avoir dans la partie superficielle de la couche enrichie, une oxydation des éléments manganèse, chrome et silicium présents dans l'acier. Par suite de la diminution de la trempabilité qui en résulte, Il peut y avoir au cours de la trempe formation de constituants autres que la martensite qui auront pour effet d'abaisser notablement la résistance à la fatigue [2].

## **I.3. LA CEMENTATION EN PHASE GAZEUSE**

### **I.3.1. Définition et principe**

Le traitement de cémentation appliqué aux aciers est un traitement thermochimique superficiel d'enrichissement en carbone réalisé en phase austénitique (entre 900 et 980°C). Il est destiné à obtenir après refroidissement un durcissement superficiel par trempe [3].

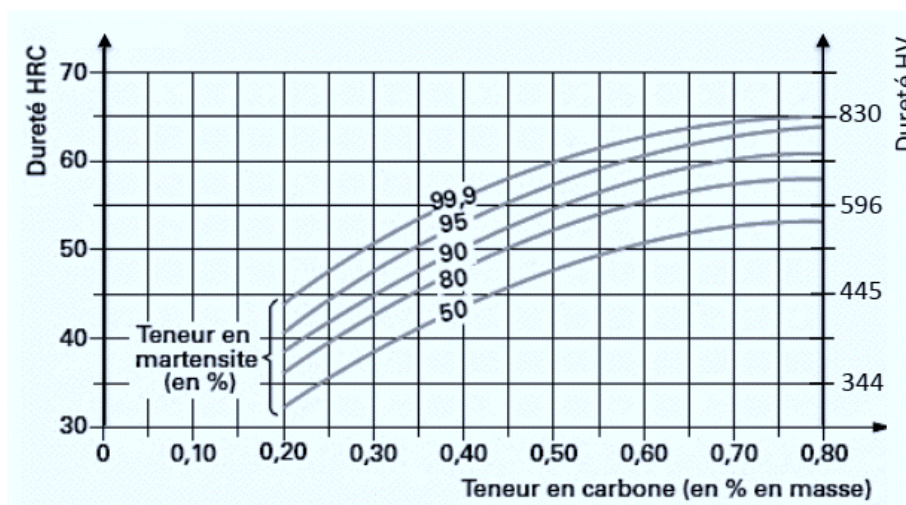


Figure I.2 : Evolution de la dureté en fonction de la teneur en carbone pour divers taux de martensite [3].

On sait que le durcissement superficiel d'un alliage fer-carbone par transformation martensitique est directement relié à sa teneur en carbone (**Figure I.2**). La recherche d'une dureté maximale conduit à obtenir des teneurs superficielles en carbone comprises entre 0,7 et 0,9 de carbone. Appliquée sur un acier à faible teneur en carbone, la cémentation est un moyen de durcissement superficiel permettant d'assurer une forte mise en précontrainte de compression de la surface et une bonne résistance à l'usure grâce à l'obtention d'une martensite à haute teneur en carbone, tout en garantissant à cœur une bonne ductilité grâce à l'obtention d'une martensite à bas carbone (la transformation du cœur sera, selon la trempabilité de l'alliage et la section de la pièce à traiter, totale ou partielle). Les profondeurs de diffusion du carbone seront pratiquement limitées à **1 ou 2 mm** pour des raisons économiques évidentes. Les fortes profondeurs seront réservées aux pièces de mécanique lourde, les profondeurs les plus courantes variant de 0,3 à 1,5 mm [3].

En règle, la cémentation consiste en trois étapes. Dans une première étape, les pièces sont exposées à un milieu cédant du carbone. Ceci entraîne une augmentation du pourcentage de carbone à la surface de la pièce. Le profil du carbone et la profondeur de pénétration dépendent du temps, de la concentration de carbone, de la température et de l'acier utilisé.

Dans la deuxième étape, le refroidissement (la trempe) a lieu. Ceci peut être exécuté directement à la température de cémentation ou après un refroidissement intermédiaire suivi d'un nouvel échauffement jusqu'à une trempe spécifique à la matière. Afin de minimiser les déformations, il est également possible de refroidir dans de l'huile ou dans un bain d'eau chaude au lieu de le faire directement dans de l'huile froide ou de l'eau.

La troisième étape est la détrempe, qui sert principalement à mettre un terme aux tensions les plus élevées dans la structure et à diminuer la sensibilité aux criques de rectification. Un traitement par le froid est également possible. Cela consiste en un refroidissement jusqu'à des températures bien en-dessous de zéro (au minimum  $-80^{\circ}\text{C}$ ) avec pour but de diminuer le pourcentage d'austénite résiduelle et améliorer la stabilité dimensionnelle après la trempe.

### 1.3.2. Les aciers de cémentation

Les aciers de cémentation doivent présenter, après cémentation, une forte différence de température de transformation entre le cœur et la zone enrichie en carbone. C'est la raison pour laquelle les aciers aptes à subir ce traitement thermo-chimique ont une faible teneur en carbone ( $C < 0.20$  % environ).

Ces aciers doivent être à « grains fins ». Ce point sera d'autant plus important que l'on adoptera le traitement thermique par trempe direct après maintien à température élevée.

Des éléments d'alliage en quantité plus ou moins importante permettront l'obtention à cœur des caractéristiques mécaniques recherchées.

Cependant, il est nécessaire d'attirer l'attention sur le point suivant :

Il faut tenir compte de la présence du nickel, du vanadium et surtout du silicium qui abaissent la teneur en carbone à l'équilibre. Ces éléments sont dits sous carburants.

La majorité des autres éléments sont sur carburants. L'influence des éléments d'alliage est d'autant plus accentuée que la teneur en éléments est plus grande et que le potentiel carbone est plus élevé. Les aciers au bore se distinguent par une très forte tendance à la sur carburation [3].

### 1.3.3. Atmosphère de cémentation

#### 1.3.3.1 Génération des atmosphères :

Dans le cas de la cémentation par une molécule de CO dans un mélange CO-H<sub>2</sub>, l'atmosphère est généralement produite de deux façons soit à l'extérieur du four à partir de la technique du générateur endothermique, soit directement à l'intérieur du four à partir de l'instillation de liquide organique.

▪ **Les générateurs endothermiques** sont des réacteurs chimiques chauffés vers 1050 °C dans lequel une oxydation de gaz naturel en défaut d'air, permet l'obtention d'une atmosphère essentiellement composée de monoxyde de carbone, de dihydrogène et de diazote inerte chimiquement.

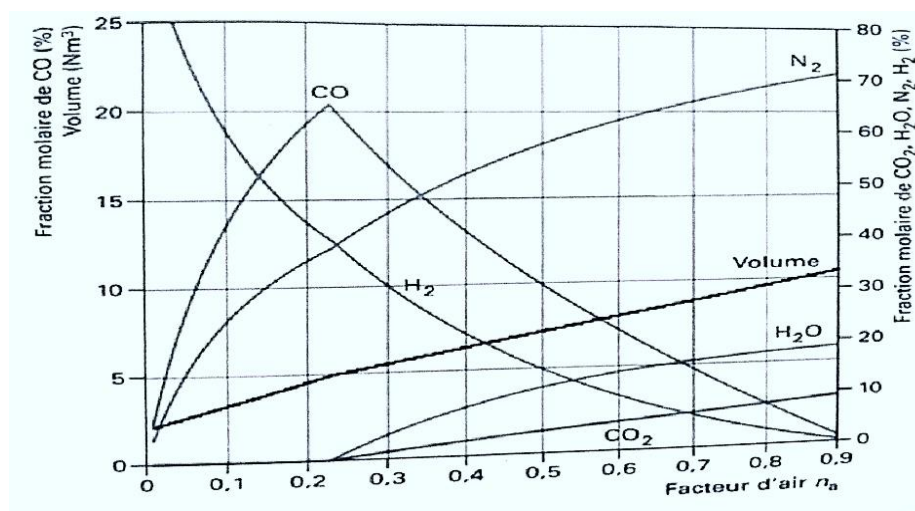
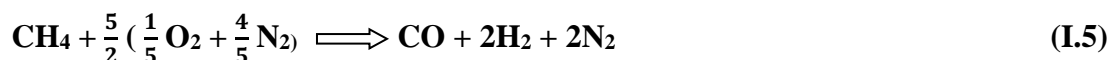


Figure I.3 : Oxydation du méthane en fonction du facteur d'aire à 1050 °C  
Calcul à équilibre thermodynamique [3].

La **Figure I.3** présente le résultat du calcul (à l'équilibre thermodynamique) de la composition de la phase gazeuse résultant de l'oxydation du méthane en fonction du facteur d'air  $n_a$  à 1050 °C. C'est pour un facteur d'air proche de 0,25 que la fraction molaire en CO est maximale, ce qui correspond au cas d'un mélange air-méthane dont le rapport volumique  $R$  est de 2,5, soit la réaction chimique suivante :



Avec :

$$n_a = R / V_a$$

$R$  = volume d'air / volume de gaz naturel

$V_a$  : volume d'air théorique

$n_a$  : facteur d'air

**Exemple:**



Soit :  $V_a = 10 \text{ Nm}^3$  d'air pour  $1 \text{ Nm}^3$  de  $\text{CH}_4$ .

Nous rappelons que  $1 \text{ Nm}^3$  correspond à 1000 litres de gaz à 0 °C, soit 273 k, et 101325 Pa, soit 1 atm.

A 1050 °C, pour un facteur d'air proche de 0,25, le calcul à l'équilibre thermodynamique montre que le mélange obtenu est essentiellement constitué de 20 % d'oxyde de carbone, 40% de dihydrogène et 40% de diazote avec quelques espèces en très faible quantité ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  et  $\text{O}_2$ ). Ces espèces dont la somme est inférieure à 1% (**tableau I.1**), jouent un rôle déterminant dans l'aptitude de l'atmosphère à transférer dû à l'acier [4].

**Tableau I.1 : Oxydation du méthane à 1050 °C. Calcul de la composition molaire (%) de la phase gazeuse au maximum de CO ( $n_a = 0,24$ ) [4].**

CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	Température de rosée (°C)
19,99	39,5	39,75	0,178	4- 10 <sup>-16</sup>	0,66	1/3
<i>Ces calculs sont en parfait accord avec ceux publiés par C. Bourdil (1981).</i>						

**Remarque :**

L'évolution de la température de point de rosée subit un changement brusque au voisinage du facteur d'air de 0,23 en passant de -27 °C à 0 °C. Cette variation importante de température du point de rosée est due au fait que pour un facteur d'air inférieur à 0,23, il se forme un dépôt de suie et qu'au-delà de ce facteur d'air, la masse de carbone libérée sous forme de suie devient nulle. La disparition de la phase solide explique la modification des équilibres des différentes espèces gazeuses lorsque le facteur d'air est supérieur à 0,23.

**La production in situ** de mélange CO-H<sub>2</sub> peut s'effectuer directement dans le four par instillation de liquide organique. La décomposition thermique de liquide organique détermine en



fonction de la température la composition chimique de l'atmosphère. Les liquides organiques utilisés sont principalement des alcools comme le méthanol, l'éthanol, l'isopropanol [5]. Dans le cas de **l'instillation du méthanol pur**, la décomposition thermique produit un mélange contenant 1/3 de CO et 2/3 H<sub>2</sub>. La composition de la phase gazeuse peut être décrite simplement par l'équation chimique suivante pour une température supérieure ou égale de 900 °C :



Comme dans le cas de la composition gazeuse obtenue par combustion du gaz naturel (gaz endothermique), la présence des molécules de CO et de dihydrogène entraîne l'existence d'espèces telles que l'oxygène, la vapeur d'eau, le dioxyde de carbone. **Le tableau I.2** présente la composition chimique de la phase gazeuse obtenue lors de la décomposition du méthanol pour différentes températures comprises entre 700 °C et 950 °C. Ce calcul est effectué dans les conditions d'équilibre thermodynamique.

**Tableau I.2 : Calcul théorique de la composition volumique gazeuse obtenue à partir de la décomposition thermique du méthanol [5].**

Température °C	H <sub>2</sub> (%)	CO (%)	CO <sub>2</sub> (%)	H <sub>2</sub> O (%)	CH <sub>4</sub> (%)	N (1)	C (g /kg)
700	61,3	21,4	5,3	7	4,8	80	72
750	63,2	26,7	2,93	4	3	85	41
800	64,3	30	1,45	2,24	1,9	89	19
850	65	31,7	0,69	1,23	1,24	91	7
900	65,5	32,5	0,33	0,69	0,83	92	2
950	65,9	32,9	0,16	0,4	0,58	93	0

(1) N : nombre de moles gazeuses  
 (2) C (g/kg) : quantité de carbone en g déposé sous forme de suie par kg de méthanol.

Les valeurs numériques du **tableau I.2** appellent principalement trois remarques :

- Pour une température supérieure à 900 °C, le méthanol se dissocie suivant la stœchiométrie décrite par l'équation (02) soit 1/3 CO et 2/3 H<sub>2</sub> ;
- Les teneurs en CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O sont très faibles (0,6% et 0,4 % à 950 °C) ;
- Pour une température inférieure à 900 °C, la décomposition thermique du méthanol Provoque un dépôt de suie d'autant plus important que la température d'instillation est faible (par exemple à 800 °C, 19 g de carbone sont déposés par kilogramme de méthanol), d'où la nécessité d'instiller le méthanol à une température supérieure ou égale à 900 °C pour éviter un dépôt de suie.

Comparativement au gaz endothermique, l'atmosphère obtenue à partir de la dissociation thermique du méthanol pur est plus riche en CO et H<sub>2</sub>. Cette forte concentration en dihydrogène a pour conséquence de favoriser la vitesse de transfert de matière due à la réaction chimique en diminuant la résistance R<sub>2</sub>.

### **I.3.3.2. Définition du potentiel carbone**

Pour caractériser l'aptitude des mélanges endothermiques ou issus de la décomposition thermique de liquide organique, à cémenter un acier, on utilise une grandeur appelée « **potentiel carbone de l'atmosphère** » dont la définition la plus simple et la plus générale est la suivante :

Le potentiel carbone d'une atmosphère est la fraction massique en carbone d'un acier en équilibre thermodynamique avec cette atmosphère [6].

Cette grandeur que nous noterons  $P_c$  est à la fois caractéristique de l'atmosphère et de l'acier et n'a de sens que si le système peut être considéré comme en équilibre thermodynamique. Dans le cas où cette hypothèse est parfaitement vérifiée, le potentiel carbone peut être déterminé à partir de l'un quelconque des équilibres chimiques suivants :



Avec  $\gamma$  : austénite.

Chaque équilibre est défini par une constante  $K(T)$  reliée à l'énergie de Gibbs standard de réaction par la relation :

$$\Delta G^\circ(T) = - RT \ln (K(T)) \quad (\text{I.11})$$

Avec  $R = 8,314 \text{ J. mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

La loi d'action et de masse de chaque équilibre permet de calculer l'activité du carbone dissous en phase austénitique à partir de la composition de la phase gazeuse.

L'activité du carbone est reliée à la fraction massique en carbone dissous par la relation suivante :

$$A_c = \gamma (T, P_c, Q) \%C \quad (\text{I.12})$$

Avec  $\gamma (T, P_c, Q)$  le coefficient d'activité.

Le coefficient d'activité dépend de la température, de la fraction massique en carbone, de la nature des interactions entre le carbone et les éléments d'alliages. Dans le cas des aciers faiblement alliés, il existe plusieurs expressions pour décrire l'activité du carbone, l'activité proposée par Ellis en phase austénitique rend parfaitement compte de la loi d'activité du carbone dissous.

Soit :

$$A_c = Q \cdot 1,07 \left( \frac{p_c}{100 - 19,6 P_c} \right) \exp \left( \frac{4798,6}{T} \right) \quad (\text{I.13})$$

Avec :

$T(K)$  : température.

$P_c$  : potentiel carbone.

$Q$  : facteur d'élément d'alliage.

Il existe plusieurs expressions du facteur d'élément d'alliage, telle que l'expression proposée par S. Gunnar son [7] :

$$Q = 1 + \% \text{ Si } (0,15 + 0,33 \% \text{ Si}) - 0,036 5 \% \text{ Mn} - \% \text{ Cr } (0,13 - 0,005 5 \% \text{ Cr}) + \% \text{ Ni } (0,03 + 0,003 65 \% \text{ Ni}) - \% \text{ Mo } (0,025 + 0,01 \% \text{ Mo}) - \% \text{ Al } (0,03 + 0,02 \% \text{ Al}) - \% \text{ V } (0,22 - 0,01 \% \text{ V}). \quad (\text{I.14})$$

Dans les conditions d'équilibre thermodynamique, le calcul du potentiel carbone peut être effectué à partir de l'un quelconque des équilibres (I.8), (I.9), (I.10).

### Équilibre CO-H<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O-C<sub>γ</sub>

À partir de l'équilibre (15), la Figure I.4 donne la relation entre la température de point de rosée (exprimée en degrés Celsius) et le potentiel carbone pour trois températures (860, 900, 940 °C).

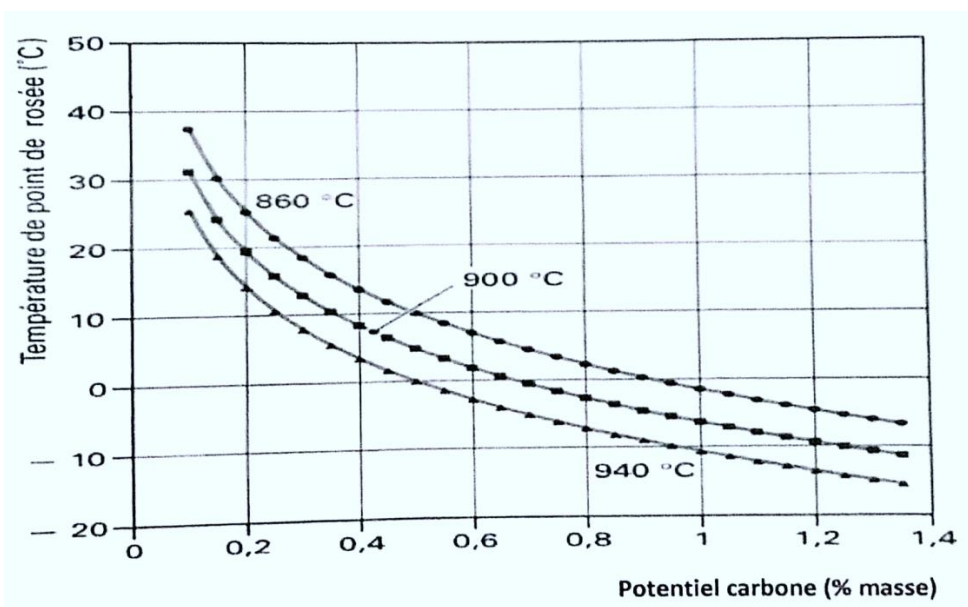


Figure I.4 : Evolution de la température du point de rosée en fonction du potentiel carbone  $P_{\text{CO}} = 0.20 \text{ atm}$  et  $P_{\text{H}_2} = 0.40 \text{ atm}$  (pression totale = 1 atm) [7].

### ▪ Équilibre CO-CO<sub>2</sub>-C<sub>γ</sub>

A partir de l'équilibre (16), la Figure I.4 donne la relation entre la pression partielle en CO<sub>2</sub> et le potentiel carbone pour trois températures (860, 900, 940 °C).



### ▪ Équilibre CO-O-C<sub>γ</sub>

La mesure du potentiel carbone peut se faire à partir de l'équilibre (I.17) faisant absorption infrarouge :



Et par une sonde à oxygène dont la force électromotrice obéit à la loi de Nernst :

$$E \text{ (mV)} = 4,96 \cdot 10^{-2} \cdot T \cdot \log \frac{P(O_2 \text{ref})}{P(O_2)} \quad (\text{I.18})$$

La combinaison des équations d'équilibre (I.16) et (I.17) permet de calculer la pression partielle de dioxygène et la force électromotrice délivrée par la sonde à oxygène en fonction du potentiel carbone.

Les Figures I.5 et I.6 donnent un exemple pour des températures comprises entre 860 °C et 940 °C et pour une pression partielle en CO de 0,2 atm. À l'équilibre thermodynamique, pour des potentiels carbones compris entre 0,2 % et 1,4 %, et pour une pression partielle en CO de 0,2 atm (pression totale - 1 atm), les pressions partielles de dioxygène correspondantes sont très faibles : comprises entre  $6,4 \cdot 10^{-19}$  à  $7,5 \cdot 10^{-21}$  atm pour une température de 940 °C, soit une force électromotrice délivrée par la sonde à oxygène comprise entre 1054 mV et 1170 mV. Ainsi les pressions partielles en dioxygène varient dans un rapport de 85 tandis que la force électromotrice ne varie que de 1,17.

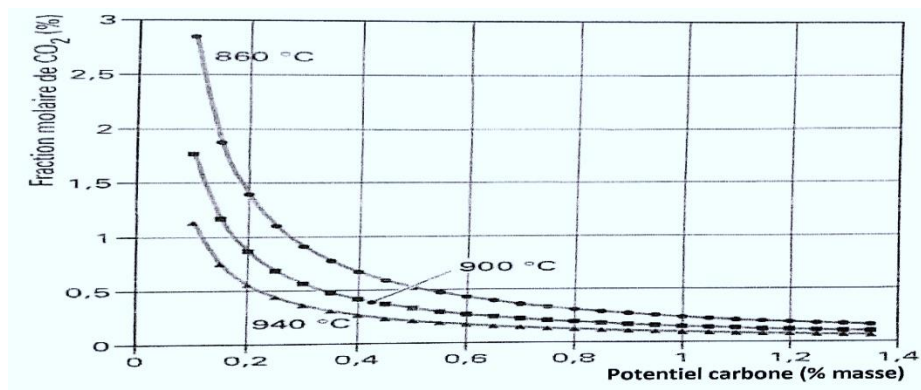


Figure I.5 : Evolution de la fraction molaire de  $CO_2$  en fonction du potentiel carbone  $P_{CO} = 0.20$  atm et  $P_{H_2} = 0.40$  atm (pression totale = 1 atm) [7].

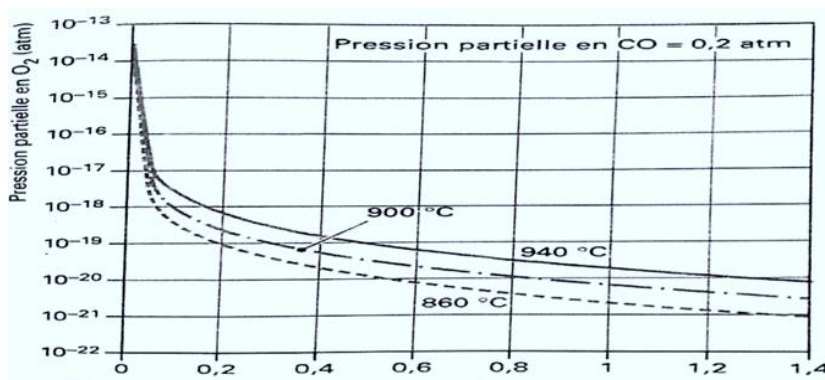


Figure I.6 : Evolution de la pression partielle de dioxygène en fonction du potentiel carbone (pression totale = 1 atm) [7].

Il est donc nécessaire de disposer d'une très grande précision au niveau de la chaîne de mesure, lors du contrôle du potentiel carbone d'une atmosphère. Outre la variation importante

du potentiel carbone en fonction de la pression partielle de dioxygène, on constate (*Figure I.5*) que plus le potentiel carbone est faible, plus la pression partielle.

Dioxygène est importante, ce qui est d'autant plus accentué que la température est basse. Cette remarque permet de comprendre pourquoi la résistance de transfert de carbone est d'autant plus importante que la température et le potentiel carbone sont faibles [7].

### ***1.3.3.3. Contrôle et régulation des atmosphères***

L'intérêt de la cémentation en phase gazeuse réside dans les possibilités de contrôle des processus de transfert de carbone depuis l'atmosphère vers l'acier. Le paramètre déterminant du contrôle de l'atmosphère est le potentiel carbone [8].

Les méthodes utilisées généralement pour contrôler l'atmosphère de cémentation sont :

- Méthode du clinquant,
- Analyse par infrarouges de CO, CO<sub>2</sub> ou CH<sub>4</sub>,
- Mesure de la température de rosée,
- Sonde à oxygène,

#### ***a) Méthode du clinquant***

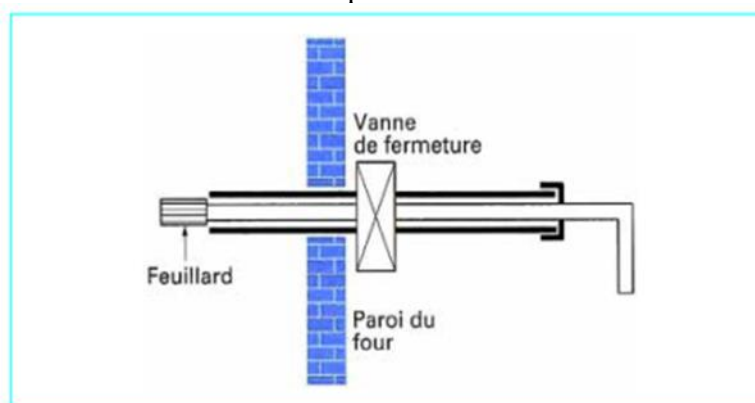
La méthode du clinquant consiste à mettre en équilibre dans un four à atmosphère oxydo-réductrice un feuillard mince (clinquant) en acier XC 10 dont on mesure ensuite la teneur en carbone après refroidissement. Afin de réduire les temps de mise à l'équilibre, l'épaisseur du clinquant est de 0,05 ou 0,1 mm.

La méthodologie se décrit en deux temps :

- Identification du temps minimal de mise en équilibre du clinquant avec l'atmosphère ;
- Réalisation des mesures, selon deux modalités :
  - **Le clinquant est intégré** à une charge traitée, placé dans une zone dégagée où l'atmosphère pourra librement circuler autour de lui,
  - **Le clinquant est introduit** dans le four à l'aide d'un ringard (*Figure I.7*).

L'exploitation des mesures peut être réalisée :

- Par dosage chimique du carbone total par gravimétrie après combustion dans un courant d'oxygène (suivant la norme AFNOR NF A 06-301) ;
- Par pesée à l'aide d'une balance de précision.



***Figure I.7 : Ringard d'introduction du clinquant [8].***

Dans le cas d'un dosage du carbone par pesée, le clinquant doit avoir une masse minimale de 0,5 g pour une épaisseur de 0,1 mm La procédure est la suivante :

- Dégraissage au solvant ;
- Pesée au dixième de milligramme :  $m_0$  ;
- Mise en place sur le ringard ou dans la charge ;
- Traitement ;
- Démontage et contrôle de l'aspect (qui doit être blanc) ;
- Dégraissage au solvant ;
- Pesée au dixième de milligramme :  $m_1$  ;
- Calcul du potentiel :  $P_c = C_0 \times 100 (m_1 - m_0) / m_1$ .

$C_0$  : teneur initiale en carbone du clinquant.

Afin d'éviter tout risque d'erreur dans la méthode par pesée, il est utile de s'assurer que le clinquant est blanc à l'issue du traitement, pour contrôler l'absence d'oxydes ou de résidus divers de traitement ; le clinquant doit présenter une découpe à bords francs sans risque de partie détachable.

#### b) Méthode de l'analyse par infrarouges de $CO$ , $CO_2$ ou $CH_4$

Les analyseurs à infrarouges permettent de mesurer les teneurs en  $CO$ ,  $CO_2$  ou  $CH_4$  d'une atmosphère. L'exploitation de la mesure des teneurs en  $CO$  et  $CO_2$  repose sur l'équilibre :



La mesure du  $CH_4$  résiduel dans l'atmosphère est un moyen complémentaire de contrôle des réactions d'addition à partir du méthane ou du propane et des atmosphères air-méthane.

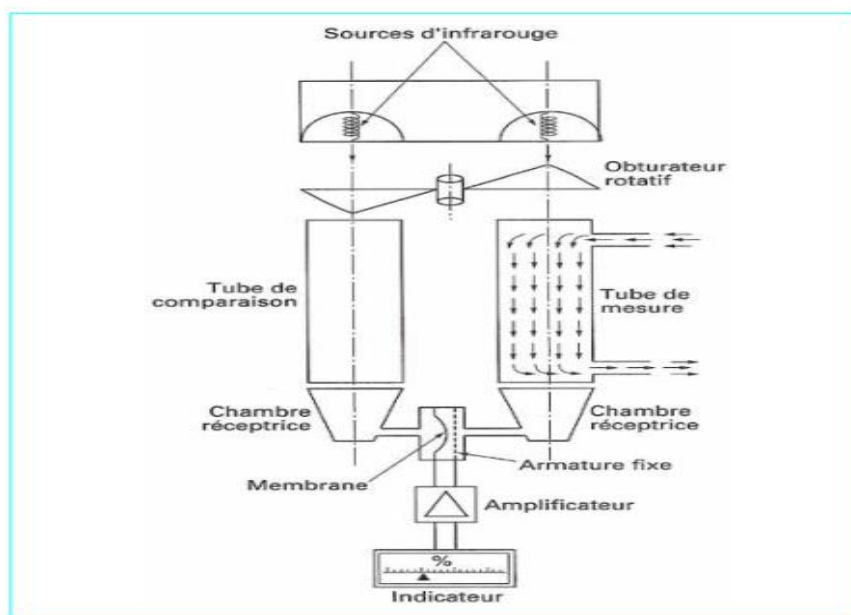


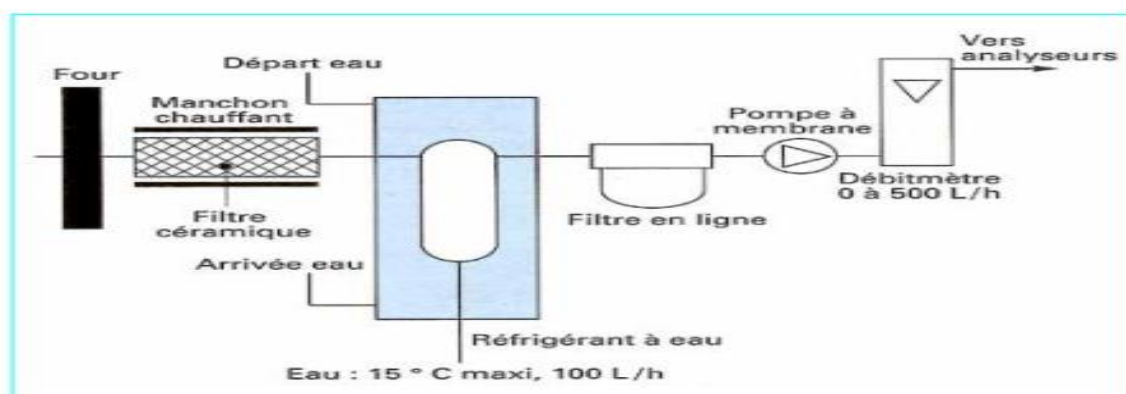
Figure I.8 : Schéma de principe de l'analyseur à infrarouges [8].

Quoi que les technologies diffèrent avec les fabricants, les appareils fonctionnent tous selon le principe de l'absorption infrarouge non dispersive. Ils comparent l'absorption d'une émission infrarouge déterminée (celle de la source) dans une chambre de référence contenant un étalon de gaz à mesurer avec celle d'une chambre d'analyse où circule l'atmosphère à analyser. Des détecteurs, de technologies différentes et brevetés par les constructeurs, permettent de mesurer la différence d'absorption et induisent un signal électrique de mesure de concentration (*Figure I.8*).

Pour que l'analyseur fonctionne, il faut prélever un échantillon d'atmosphère, ce qui suppose :

- Le choix d'une position du tube de prélèvement représentative de l'atmosphère qui balaie la charge (loin des résistances ou tubes radiants, loin des zones froides) ;
- Un système de filtration de l'atmosphère efficace, pour :
  - Eviter l'encrassement des appareils et tubulures.
  - Piéger par condensation l'éventuelle vapeur
  -

La *Figure I.9* illustre une centrale de prélèvement adaptée à l'utilisation d'analyseurs de CO et CO<sub>2</sub>.



**Figure I.9 : Centrale de prélèvement pour échantillon gazeux destiné à un analyseur par infrarouges [8].**

L'intérêt des analyseurs à infrarouges réside dans l'analyse en continu de l'atmosphère. De plus, ils sont étalonnables, moyennant des bouteilles de gaz étalons. La fréquence de cet étalonnage est donnée par le constructeur en fonction des conditions d'utilisation. La mesure du potentiel carbone la plus correcte repose sur les dosages simultanés du CO et du CO<sub>2</sub>. Dans le cas d'une atmosphère déterminée (atmosphère endothermique, atmosphère azote-méthanol aux taux constants d'azote et de méthanol) dont les fluctuations de composition sont très faibles, on peut considérer la teneur en CO constante et le contrôle du potentiel carbone se fera alors avec le CO<sub>2</sub> uniquement.

c) **Méthode de mesure de la température de rosée :**

Cette méthode repose sur l'équilibre de cémentation [9] :



Dans les conditions de fonctionnement d'un four classique :

$$P_{\text{CO}} = (\% \text{ CO}) / 100 \quad (\text{I.21})$$

$$P_{\text{H}_2} = (\% \text{ H}_2) / 100 \quad (\text{I.22})$$

$$P_{\text{H}_2\text{O}} = (\% \text{ H}_2\text{O}) / 100 \quad (\text{I.23})$$

Les teneurs en CO et H<sub>2</sub> sont accessibles soit par analyse infrarouge, soit par chromatographie en phase gazeuse. La teneur volumique en vapeur d'eau est mesurée à l'aide de la température de rosée, selon la relation suivante :

$$\% \text{ H}_2\text{O} = \text{Exp} [19,3368 - 5422,18 / (TR + 273,16)] \quad (\text{I.24})$$

TR (°C) est la température de rosée [température à partir de laquelle, dans des conditions opératoires déterminées (température, pression), la vapeur d'eau se condense].

Différents appareils, manuels ou automatiques, permettent de mesurer la température de rosée (*Figure I.10*).

Ils ont tous l'inconvénient de ne pas permettre une mesure en continu, et ils ne peuvent pas en outre être aisément étalonnés. Une nouvelle génération d'appareils reposant sur l'effet semi-conducteur permettra peut-être de rendre la mesure de la température de rosée continue dans un proche avenir.

Connaissant la température de rosée, les teneurs en CO et H<sub>2</sub>, il est possible d'accéder au potentiel carbone ; la mesure de la température de rosée nécessite quelques précautions afin d'éviter les erreurs de mesure il est nécessaire de :

- Éviter qu'une condensation ne se produise dans les tubulures de prélèvement d'atmosphère, donc utiliser des tubulures courtes, à l'abri des courants d'air et à une température le plus possible voisine de 20 °C ;
- Éliminer par une filtration appropriée toutes les particules du prélèvement d'atmosphère (essentiellement suie) qui constituent des germes de condensation de la vapeur d'eau et peuvent conduire à des erreurs de plusieurs degrés sur la température de rosée.



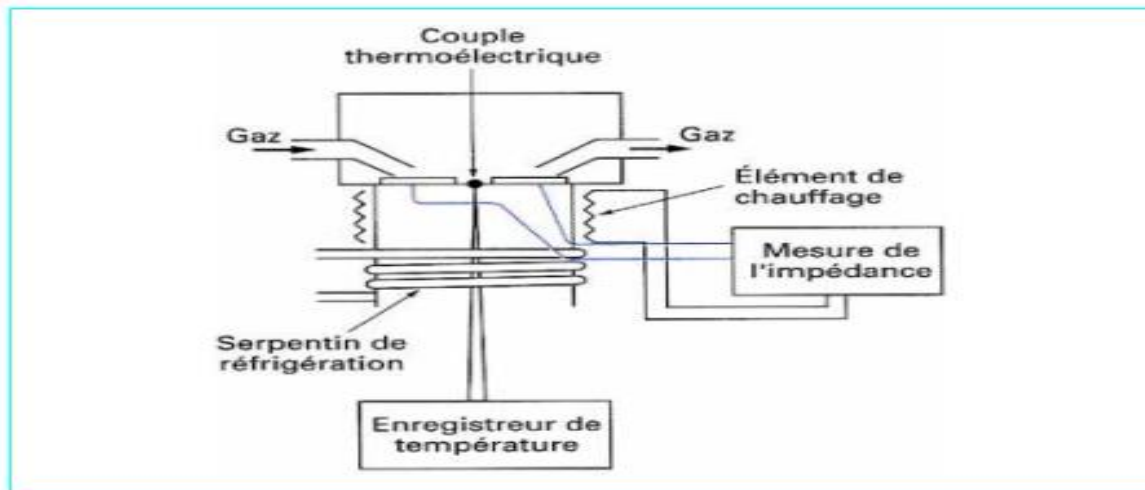


Figure I.10 : Schéma d'appareil de mesure de température de rosée par variation d'impédance à la suite d'une condensation <sup>[9]</sup>.

Méthode de mesure du potentiel carbone par la sonde à oxygène :

*Qu'est-ce qu'une sonde à oxygène ?*

Le principe général d'une sonde à oxygène consiste à comparer deux pressions partielles d'oxygène dans deux milieux gazeux différents. Grâce à un élément de mesure (la zircone), il est possible d'obtenir un rapport entre la différence des concentrations d'oxygène et la température de l'atmosphère de traitement. En alimentant la sonde à oxygène avec un gaz dont on connaît la teneur en oxygène (soit l'air de référence), il est possible de déterminer le potentiel carbone et la concentration en oxygène de son atmosphère de traitement <sup>[10]</sup>.

Le principe de mesure du potentiel carbone par la sonde à oxygène repose sur l'équilibre gazeux :



Dans cet équilibre apparaît de l'oxygène moléculaire qui peut être mesuré grâce à l'effet de conduction ionique de l'oxyde de zirconium (zircone) quand ce dernier est porté à haute température et de telle manière qu'il existe une différence de pression partielle de part et d'autre de la zircone (*Figure I.11*).

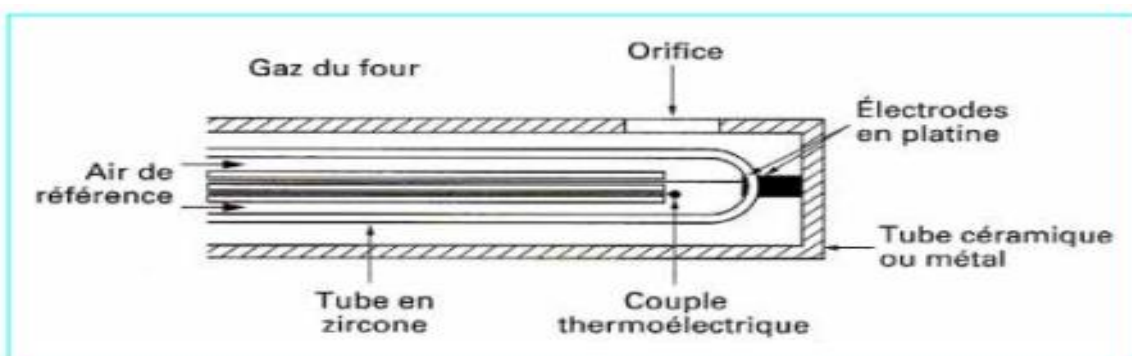


Figure I.11 : Schéma de principe d'une sonde à oxygène <sup>[10]</sup>.

La conduction ionique crée une différence de potentiel exprimée par la loi de Nernst :

$$E \text{ (mV)} = 4,96 \cdot 10^{-2} T \frac{\log P_{O_2}}{P_{O_2}} \quad \text{(I.26)}$$

Avec T (K) température absolue.

La pression partielle en oxygène de référence  $P_{O_2\text{ref}}$  obtenue en général par le balayage d'une des parois de la zircone par de l'air, ainsi que celle de l'oxygène de l'atmosphère du four, peuvent être estimées dans des conditions de travail d'un four classique (où la pression est de 1 atm) :

$$\begin{aligned} P_{O_2\text{ref}} &= 0,21 \text{ atm} \\ P_{O_2} &= (\% O_2) / 100 \\ E \text{ (mV)} &= 4,96 \cdot 10^{-2} T [1,30 - \lg(\% O_2)] \quad \text{(I.27)} \end{aligned}$$

La différence de potentiel délivrée par une sonde permet donc de connaître la teneur en oxygène dans l'atmosphère connaissant la teneur en CO (à l'aide d'un analyseur à infrarouges ou par estimation si l'atmosphère support est figée), il est possible de remonter au potentiel carbone de l'atmosphère.

L'intérêt de la sonde à oxygène est de réaliser une mesure in situ, sans avoir à prélever un échantillon gazeux. Cela suppose que son positionnement soit effectué de manière à rendre la mesure d'oxygène représentative de l'atmosphère qui balaie la charge.

L'inconvénient des sondes réside dans ce qu'elles ne sont pas aisément étalonnables et qu'elles risquent de dériver dans le temps sans qu'il soit possible de détecter cette dérive avant qu'elle n'influe sur la qualité de la cémentation.

Une commission de L'ATTT a travaillé sur ce problème et ses conclusions sont de rendre obligatoire un contrôle indirect des mesures de la sonde, par la méthode du clinquant essentiellement.

**Tableau I.3 : Moyen de contrôle du potentiel carbone en cémentation atmosphérique [11].**

<b>Méthodes</b>	<b>Descriptions</b>
<b>Spectrométrie IR</b>	<p>L'analyseur à infrarouges permet de mesurer les teneurs en CO, CO<sub>2</sub> ou CH<sub>4</sub> d'une atmosphère. La détermination du potentiel carbone est rendue possible grâce à l'exploitation de la mesure des teneurs en CO et CO<sub>2</sub> et repose sur l'équilibre suivant :</p> $2\text{CO} \rightleftharpoons \text{CO}_2 + \text{C}$ <p><b>Avantages :</b> analyse en continu de l'atmosphère par prélèvement gazeux, facilité d'étalonnage.  <b>Inconvénients :</b> réactivité assez lente, prix.</p>
<b>Sonde à oxygène</b>	<p>Le principe de mesure du potentiel carbone par sonde à oxygène repose sur l'équilibre gazeux suivant :</p> $\text{CO} \rightleftharpoons \text{C} + 1/2 \text{O}_2$ <p><b>Avantages :</b> mesure in situ, bonne réactivité, bonne précision.  <b>Inconvénients :</b> fragilité, complexité de mise en place de l'aire de référence, dérive possible sans en avoir connaissance.</p>
<b>Température de Rosée</b>	<p>L'équilibre essentiel sur lequel repose cette méthode est le suivant : CO<sub>2</sub>+ H<sub>2</sub> ⇌ CO + H<sub>2</sub>O  La teneur volumique en vapeur d'eau est mesurée à l'aide de la température de rosée selon la relation suivante :</p> $\% \text{H}_2\text{O} = \text{Exp} [19,3368 - 5422,18 / (\text{TR} + 273,16)]$ <p>Connaissant la température de rosée, les teneurs en CO et H<sub>2</sub> accessibles par analyse IR, il est possible d'accéder au potentiel carbone.</p>
<b>Fil résistif</b>	<p>Elle repose sur la variation de résistivité d'un filament d'acier (à faible teneur en carbone) de diamètre très faible (0,06 mm) quand s'enrichi en carbone. Pour une température donnée, la relation entre la teneur en carbone et la résistivité électrique est linéaire. La sensibilité de mesure s'étend de 0,1%C jusqu'à saturation du matériau constituant le filament.</p> <p><b>Avantages :</b> détermination du potentiel carbone de l'atmosphère sans prélèvement de gaz, faible cout.  <b>Inconvénients :</b>  Sensible aux suies et à l'oxydation, et fragile (sensible aux vibrations du four).</p>
<b>Clinquant</b>	<p>La méthode repose sur la notion d'équilibre thermodynamique entre le carbone contenu dans le l'acier et l'atmosphère de cémentation. La détermination de la teneur en carbone d'un feuillard mince (clinquant) en acier C10 (XC10 norme AFNOR) placé dans le four correspond au potentiel carbone. Elle peut se faire soit par dosage chimique du carbone total, soit par pesée à l'aide d'une balance de précision (&lt;0,1mg).  Pour réduire les temps de mise à l'équilibre, l'épaisseur du clinquant est très fine (0,05 ou 0,1mm).</p>

### **I.3.4. Enrichissement en carbone**

L'augmentation du potentiel carbone d'une atmosphère de cémentation sera obtenue en abaissant la teneur des éléments oxydants CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O : l'apport d'un hydrocarbure comme gaz additionnel permet d'obtenir cette évolution [12].

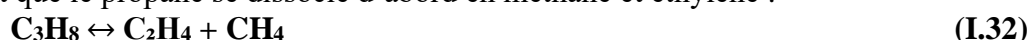
➤ Avec le méthane :



➤ Avec le propane :

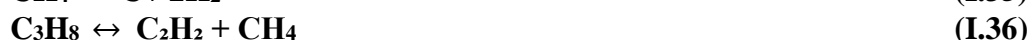


En fait, on sait que le propane se dissocie d'abord en méthane et éthylène :



Ces réactions montrent que l'enrichissement est beaucoup plus important avec le propane qu'avec le méthane, le débit d'addition nécessaire est de 3 à 6 fois inférieurs.

Ce débit ne devra toutefois pas être trop important car au-delà de la réaction avec les phases oxydantes il peut y avoir dissociation de l'hydrocarbure :



La vitesse de reformage de l'hydrocarbure est très faible par rapport à sa vitesse de décomposition, il y a alors dépôt de carbone car le processus de cémentation par transfert direct de carbone est nul. C'est ainsi qu'apparaissent les suies dans le four. Le risque de dépôt de suie est plus important avec le propane qu'avec le méthane car le taux de dissociation est beaucoup plus grand.

Si l'atmosphère est réglée à potentiel carbone constant avec un débit de gaz additionnel constant, celui-ci devra être à un niveau qui dépend du volume global de l'atmosphère contenue dans le four et du taux de renouvellement. Il y aura lieu de contrôler régulièrement la température de rosée ou la teneur en CO il faudra également tenir compte de la variation du produit  $P_{\text{CO}} \times P_{\text{H}_2}$  due à l'apport d'hydrocarbure.

Lorsque l'atmosphère est pilotée à partir de l'analyse des gaz, le gaz additionnel est admis par une électrovanne en tout ou rien ou motorisée peu ou rien jusqu'à ce que la consigne en potentiel carbone soit atteinte. Dans tous les cas le débit instantané doit être suffisamment faible pour éviter les dépôts de suie.

### I.3.4.1. La diffusion :

La diffusion se produit grâce aux sauts successifs des atomes d'un site à un site libre voisin à travers le cristal. Elle fait intervenir les interstices ou les lacunes mais elle est favorisée dans les régions où le cristal présente des défauts linéaires (dislocations) ou des défauts bidimensionnels (joints et sous-joints de grains, surface de l'échantillon).

L'interaction d'un gaz avec un métal joue un rôle important dans de nombreux domaines métallurgiques, indépendamment des procédés industriels utilisés largement pour les traitements de surface (cémentation, nitruration).

La diffusion est présentée par deux aspects l'aspect macroscopique et microscopique [12].

### I.3.5. Obtention du gradient de propriétés mécaniques :

Le traitement de cémentation renforce les caractéristiques mécaniques de surface des pièces, mais doit préserver un bon compromis entre les propriétés de résilience et de résistance du cœur. Les profondeurs de cémentation varient en fonction des utilisations des pièces entre 0,4 et 2,5 mm.

Les caractéristiques mécaniques des pièces cémentées sont directement liées à la nuance de l'acier. Le choix de nuance se fait en fonction des sollicitations que supportent les pièces en fonctionnement. Par exemple, une nuance 16NCD13 présente une bonne résistance aux chocs et une excellente limite d'endurance, elle est bien adaptée à la cémentation des gros pignons de camion ou des gros roulements de locomotives SNCF. Lorsqu'il s'agit de pièces résistantes à l'usure et peu sollicitées en fatigue, une nuance de type XC10 peut être choisie. Pour les pièces de pignonnerie automobile sollicitées en usure et en fatigue, les nuances sont généralement de type 20MC5, ou 18CD4. Ces aciers présentent une bonne trempabilité. La structure martensitique obtenue après trempe confère à l'acier une bonne résistance à cœur et une bonne tenue à l'usure et à la fatigue de la surface [13].

#### I.3.5.1. Profil de concentration en carbone et profil de microdureté :

Les profils de concentration et de microdureté qui sont visés par le traitement de cémentation sont schématisés sur *la Figure I.12*.

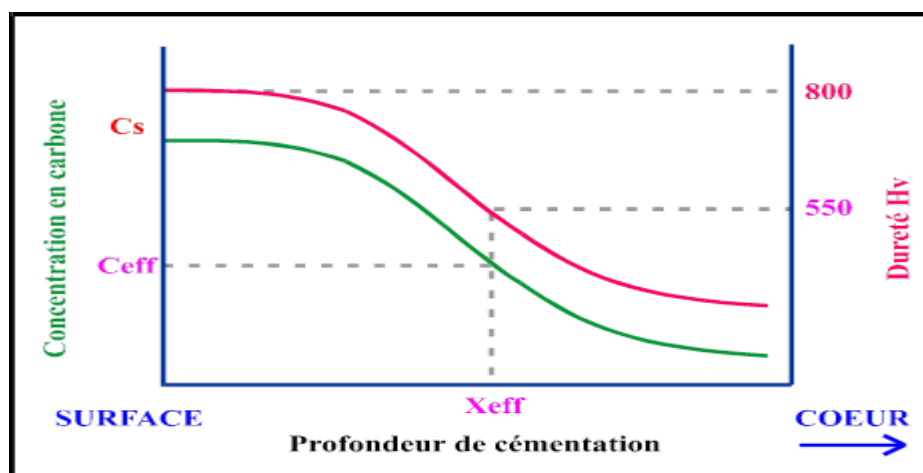


Figure I.12 : Représentation schématique du profil de concentration en carbone et du profil de micro dureté d'un acier cémenté [13].

La température de cémentation se situe généralement aux environs de 920-950 °C, pour favoriser la diffusion du carbone en phase austénite, et ainsi diminuer la durée des traitements. En effet, lorsque la température passe de 800 à 920 °C, le coefficient de diffusion du carbone en phase austénitique augmente d'un facteur 5 environ.

Le profil de concentration en carbone dépend fortement de la concentration superficielle en carbone ( $C_s$ ), La profondeur efficace ( $X_{eff}$ ) et la concentration en carbone ( $C_{eff}$ ) correspond à une dureté de 550 Hv. La correspondance entre la valeur de la concentration efficace en carbone et la dureté de 550 Hv est fonction de la trempabilité de l'acier, de la massivité de la pièce et de la drastécité du milieu trempant L'expérience montre, qu'en générale la dureté de 550 Hv correspond à une concentration en carbone ( $C_{ep}$ ) de 0.35% en poids pour un acier dont la teneur initiale en carbone est inférieure à 0,20%. Pour les aciers plus riches en carbone (27MC5 par exemple), il est préférable de choisir une dureté efficace de 650 Hv correspondant à une teneur en carbone de 0,42%.

Pour obtenir après trempe le profil de microdureté recherché, il faut maîtriser pendant la cémentation, l'évolution du profil de concentration en carbone La concentration superficielle en carbone conduisant au maximum de dureté est de 0,8% (binaire Fe-C). Au-delà de cette valeur, il subsiste après trempe, de l'austénite résiduelle qui diminue le niveau de dureté.

La quantité d'austénite résiduelle dépend des éléments d'alliages constituant l'acier de cémentation, elle peut être calculée par la formule empirique de Koistinen et Marburger [14] :

$$\% \gamma_r \exp [-0,011. (M_s - T)] \quad (I.38)$$

Valable pour  $M_s < T < M_f$ , avec :

$\% \gamma_r$  : % d'austénite résiduelle,

$M_s$  : Température de début de transformation martensitique,

$M_f$  : Température de fin de transformation martensitique,

T : Température de fin de trempe.

Les relations **d'Andrews** et **d'Eldis** [15,16] permettent de calculer la température  $M_s$  de début de transformation martensitique en tenant compte de l'influence des éléments d'alliage.

- **Relation d'Andrews** [15]

Cette relation est valable pour les aciers faiblement alliés dont la teneur en carbone est inférieure à 0,6% :

$$M_s (\text{°C}) = 539 - 423. \%C - 30,4. \%Mn - 17,7. \%Ni - 12. \%Cr - 11. \%Si - 7. \%Mo. \quad (I.39)$$

- **Relation d'Eldis** [16]

Cette relation est valable pour  $0,1 < \%C < 0,8$  ;  $0,35 < \%Mn < 1,80$  ;  $\%Mo < 0,9$  ;  $\%Cr < 1,5$  ;  $Ni < 4,5$  :

$$M_s (\text{°C}) = 531 - 391,2\% C - 43,3\% Mn - 21,8. \% Ni - 16, 2. \% Cr \quad (I.40)$$

Ces relations montrent, que la température  $M_s$  dépend fortement de la concentration en carbone : une augmentation de 0,1%C entraîne une diminution de la température  $M_s$  de 40°C.

Dans le cas de la cémentation, il faut tenir compte de la composition chimique des aciers pour optimiser le profil de concentration en carbone, et ainsi éviter la présence en quantité trop importante (> 25%) d'austénite résiduelle. La Figure I.13 présente, pour les nuances 16MC5, 18CD4 et 16NCD13, cémentées avec un profil de concentration en carbone identique, les évolutions de la température Ms et de la quantité d'austénite résiduelle, calculées par les formules d'Eldis (teneur superficielle en carbone = 0,8%) et de Koistinen. Pour ces calculs, la température de fin de trempe est de 25 °C<sup>[17]</sup>.

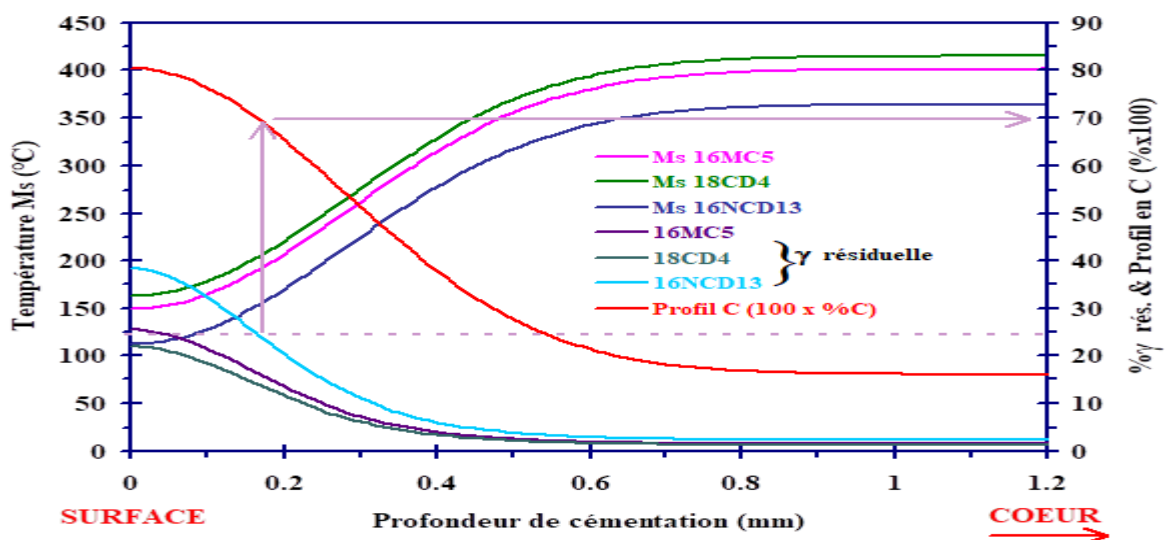


Figure I.13 : Influence de la teneur en carbone et des éléments d'alliages sur la température Ms et sur la quantité d'austénite résiduelle<sup>[17]</sup>.

### 1.3.5.2. Influence de la concentration en carbone :

Pour chaque nuance, il existe un gradient de température Ms inverse au gradient de concentration en carbone :

- Pour l'acier 16MC5, Ms vaut 150 °C à la surface et 400 °C à cœur,
- Pour l'acier 18CD4, Ms vaut 170 °C à la surface et 415 °C à cœur et
- Pour l'acier 16NCD13, Ms vaut 110 °C à la surface et 365 °C à cœur.

La différence importante entre les températures Ms du cœur et de la surface, est à l'origine de la mise sous contrainte de compression de la couche cémentée. En effet lors de trempe, la transformation de l'austénite a lieu d'abord à cœur (transformation bainitique), puis à la surface (transformation martensitique) C'est l'augmentation de volume induite par ces deux transformations successives qui explique la mise sous contrainte de compression de la surface :

- Lorsque le cœur subit la transformation bainitique, il induit par son augmentation de volume des contraintes de traction dans la surface,
- Lorsque la surface subit la transformation martensitique, il y a inversion des contraintes : la surface est mise en compression<sup>[17]</sup>.

### I.3.5.3. Influence des éléments d'alliage :

D'après les formules d'Andrews et d'Eldis, les éléments d'alliages diminuent la température  $M_s$  : ils favorisent donc la présence d'austénite résiduelle après trempe. Il faut tenir compte de leur présence pour définir le profil de concentration en carbone optimal, qui permet d'obtenir après cémentation les caractéristiques souhaitées :

- Un profil de microdureté qui présente un palier de dureté élevé (850Hv) à la surface de l'acier et,
- Une teneur en austénite résiduelle inférieure à 25%.

La quantité d'austénite calculée sur la **Figure I.13** pour 0.8% C'est bien supérieur pour la nuance 16NCD13 (38%) par rapport aux autres nuances (16MC5/25% et 18CD4 / 22%). Pour limiter la présence d'austénite résiduelle dans la couche cémentée (<25%), il faut adapter la concentration superficielle en carbone de l'acier en fonction de ses éléments d'alliages :

- Pour l'acier 16NCD13, la concentration superficielle en carbone choisie est de  $C_s = 0,65\%$  et
- Pour les aciers 16MC5 et 18CD4, elle est égale à  $C_s = 0,75\%$ .

A partir de ses exemples, nous constatons, que les nuances 16MC5 et 18CD4 peuvent subir un traitement de cémentation identique ( $\%C_s = 0,75$ ), alors que la nuance 16NCD13 devra subir un traitement spécifique ( $\%C = 0,65$ ), pour obtenir sur les trois aciers la même microstructure (martensite et austénite résiduelle <25%) après trempe martensitique.

La concentration en carbone à la surface de l'acier doit être contrôlée de façon rigoureuse, et ceci pendant toute la durée de la cémentation, car une faible variation de cette concentration peut engendrer, une modification importante de la microstructure après trempe. En effet, dans le cas de l'acier 16NCD13, lorsque la concentration en carbone augmente de 0,7 à 0,8%, la quantité d'austénite résiduelle passe de 25 à 38%. Pour contrôler l'évolution de la concentration superficielle en carbone, il faut maîtriser le transfert du carbone entre la phase gazeuse et la phase solide. A l'échelle industrielle, un système de pilotage de l'enrichissement en carbone est indispensable pour garantir une bonne maîtrise de la croissance du profil de concentration en carbone au cours de la cémentation [18].



### **I.5. CONCLUSION**

L'étude bibliographique sur la cémentation en phase gazeuse nous a permis d'aboutir aux conclusions suivantes :

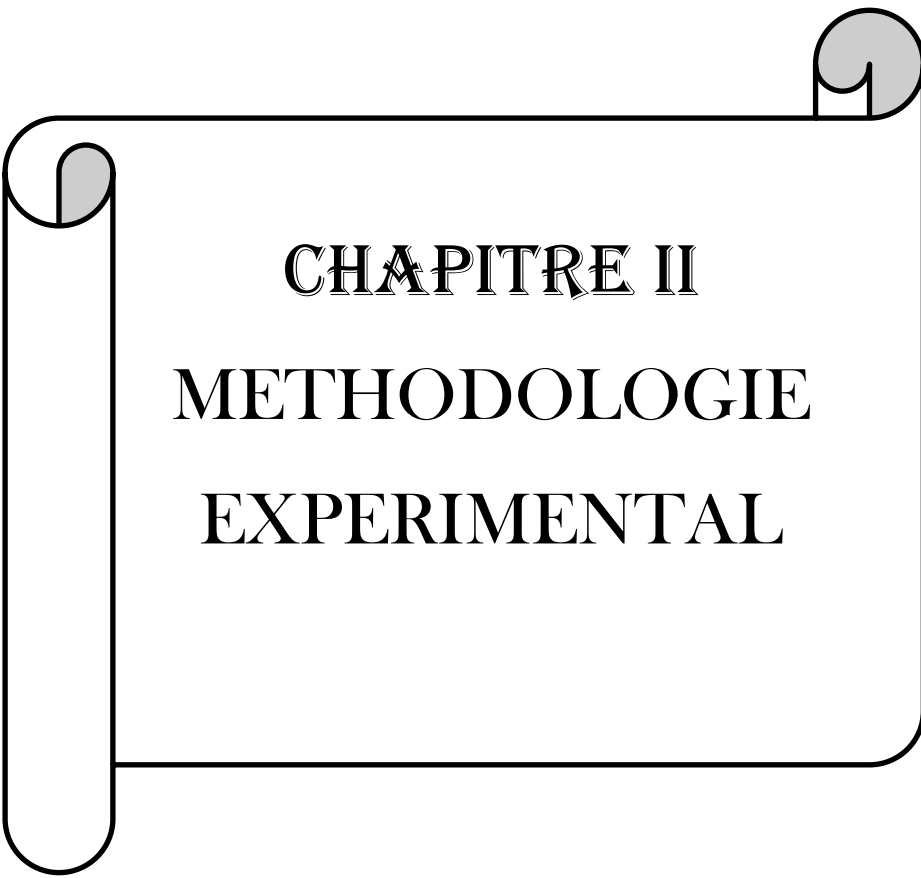
- La cémentation est un traitement qui est appliqué généralement aux aciers à faible teneur en carbone,
- L'atmosphère de la cémentation en phase gazeuse est caractérisée par une grandeur appelée **potentiel carbone**,
- Il existe plusieurs méthodes pour le contrôle et la régulation de l'atmosphère telles que : la **méthode du clinquant, l'analyse par infrarouge, la mesure de la température de rosée et la sonde à oxygène**,
- Le transfert de carbone à l'interface gaz-solide passe par trois étapes principales : **le transport de la molécule active vers la surface de l'acier, la réaction physicochimique à la surface de l'acier et la diffusion du carbone en phase austénitique.**

Notre objectif dans ce mémoire consiste à mettre au point une méthodologie expérimentale permettant :

- Le contrôle précis de la concentration en carbone à la surface de l'acier.
- L'optimisation du procédé de cémentation.

L'apport de la sonde à oxygène pour la détermination précise du potentiel carbone est important dans les deuxièmes chapitres qui suivent nous allons proposer :

- Une méthode de détermination expérimentale du potentiel carbone.
- Une méthode de calcul précis de potentiel carbone.
- Une validation expérimentale à partir d'essais de préoxydation et de cémentation réalisée sur l'acier 27MC5 dans l'intervalle de température (750°- 908°C).



**CHAPITRE II**  
**METHODOLOGIE**  
**EXPERIMENTAL**

**CHAPITRE II : METHODOLOGIE EXPERIMENTAL**

<b>II.1. INTRODUCTION</b>	<b>30</b>
<b>II.2. DESCRIPTION DU PROCESSUS EXPERIMENTAL</b>	<b>30</b>
<b>II.2.1. Dispositif expérimental.</b>	<b>30</b>
<b>II.2.2. Préparation des échantillons avant et après traitement.</b>	<b>31</b>
<b>II.2.3. Le calibrage de la sonde oxygène</b>	<b>32</b>
<b>II.2.4. Méthode d'étalonnage et calcul du potentiel carbone.</b>	<b>33</b>
<b>II.2.3.1. Etalonnage de la sonde.</b>	<b>33</b>
<b>II.2.3.2. Calcul de la pression partielle d'oxygène.</b>	<b>35</b>
<b>II.2.3.3. Calcul l'activité du carbone.</b>	<b>36</b>
<b>II.2.5. Caractérisation des échantillons après cémentation.</b>	<b>37</b>
<b>II.2.4.1. Observation métallographique.</b>	<b>37</b>
<b>II.2.4.2. Mesure de la microdureté Hv.</b>	<b>37</b>
<b>II.2.4.3. L'analyse par microsonde électronique de Castaing.</b>	<b>38</b>
<b>II.3. CONCLUSION</b>	<b>40</b>

## CHAPITRE II

### METHODOLOGIE EXPERIMENTAL

#### II.1. INTRODUCTION

Ce chapitre sera consacré entièrement aux différentes techniques de caractérisation des divers échantillons cimentés.

Nous décrivons dans un premier temps l'appareillage expérimentale utilisé pour réaliser les traitements de cémentation, ainsi que la technique de préparation des échantillons notamment le polissage.

Nous présenterons par la suite une description succincte des méthodes expérimentales que nous allons utiliser pour caractériser nos divers échantillons cimentés à savoir :

- **Examen métallographique** : pour révéler les différentes phases et pour mesurer l'épaisseur des couches formées après traitement de cémentation.
- **Analyse par microsonde** : pour déterminer les profils de concentration en carbone et en éléments d'alliages dans les couches formées.
- **Microdureté Vickers** : pour déterminer les profils de microdureté après chaque traitement de cémentation.

#### II.2. DESCRIPTION DU PROCESSUS EXPERIMENTAL

##### II.2.1. Dispositif expérimental

Notre travail est réalisé en partie sur une thermobalance de laboratoire le dispositif de laboratoire schématisé sur la Figure II.1 comprend une thermobalance (précision de 0.5mg), un four de traitement, et différents équipements permettant le contrôle des atmosphères de cémentation.

Le four de traitement est un four tubulaire à résistance électriques. Le cylindrique intérieur ( $\phi = 38\text{mm}$ ) est en alumine, et la zone isotherme est d'environ 10 cm (la variation de température relative est de + ou - 1°C). Les éprouvettes traitées dans ce four ont une forme de parallélépipède d'une dimension de 10x10x50mm.

Les atmosphères de cémentation sont synthétisées à partir de mélanges de gaz purs à l'aide de débitmètres massiques. Le contrôle des produits des réactions homogènes et hétérogènes se fait par chromatographie en phase gazeuse.

La prise de masse et le débit de gaz réactif à l'entrée du réacteur, sont enregistrés en continu par un micro-ordinateur.

Le dispositif permet de réaliser une trempe à l'eau ou à l'huile de l'échantillon après cémentation.

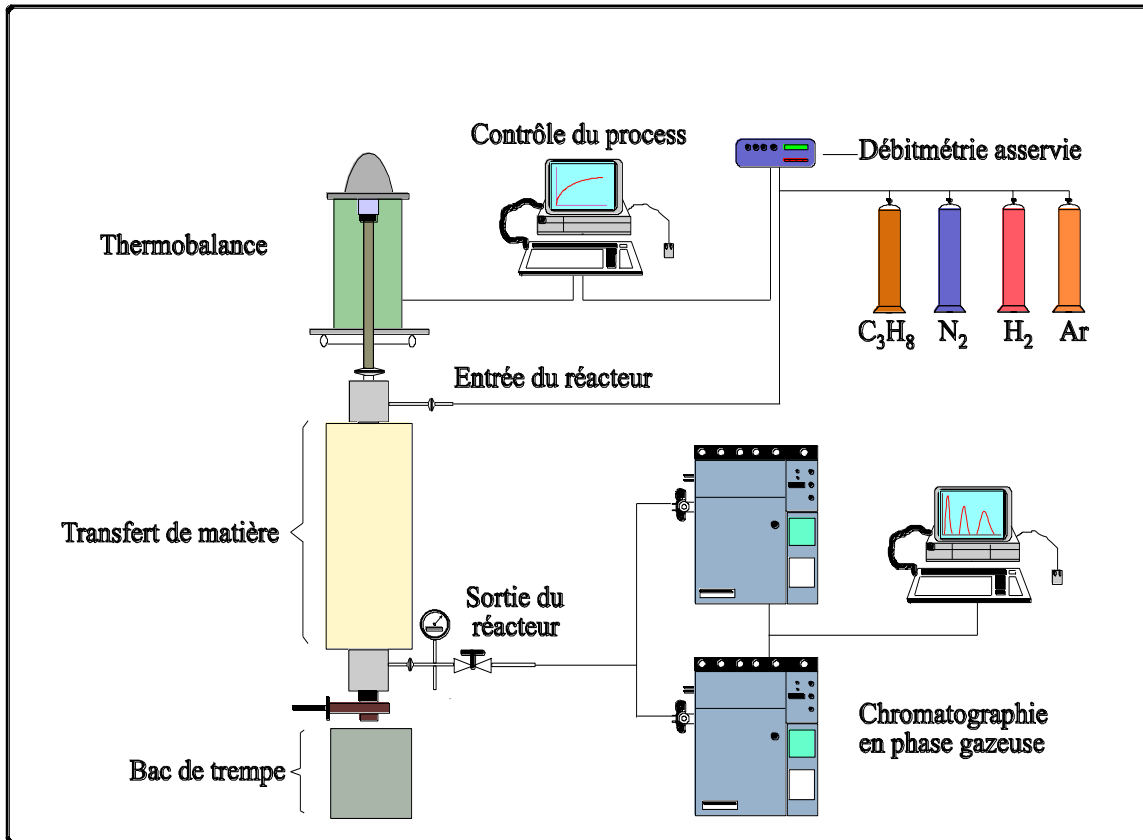


Figure II.1 : Représentation schématique du dispositif expérimental de cémentation <sup>[20]</sup>.

### II.2.2. Préparation des échantillons avant et après traitement

Le matériau utilisé pour le traitement de cémentation est l'acier allié au manganèse du type **27MnCr5** l'acier est employé dans l'industrie automobile notamment pour la fabrication des pignons de boîtes de vitesse. La composition chimique de l'acier utilisé est présentée dans le **tableau II.1**.

Tableau II.1 : Composition chimique de l'acier 27MnCr5<sup>[20]</sup>.

Nuance	%C	%Cr	%Mo	%Mn	%Si
27MnCr5	0.27	0.98	-	1.2	0.25

Avant de procéder au traitement de cémentation, l'échantillon est préparé de la façon suivante :

- Polissage mécanique à l'aide des papiers abrasifs à granulométrie décroissante jusqu'à 1200.
- Polissage avec des disques diamants (3  $\mu$ m).

Pour réaliser notre travail sur ce type d'acier 27MC5 on quatre traitements de cémentation dans des conditions différentes :

- Préoxydation à 750°C suivie d'une cémentation à la température de 900°C dans un mélange : 25%N<sub>2</sub>+50%H<sub>2</sub>+25%CO+ (0.2%O<sub>2</sub>).
- Préoxydation à 750°C suivie d'un chauffage à 900°C et d'un maintien sous : 50%N<sub>2</sub>+50%H<sub>2</sub> et cémentation : 25%N<sub>2</sub> +50%H<sub>2</sub>+25%CO+ (0.2%O<sub>2</sub>).
- Cémentation à 900°C sous : 25%N<sub>2</sub>+50%H<sub>2</sub>+25%CO+ (0.2%O<sub>2</sub>).
- Cémentation à 900°C sous : 25%N<sub>2</sub>+50%H<sub>2</sub>+25%CO.

A la fin du traitement de cémentation, l'échantillon est trempé à l'eau, pour éviter toute transformation ultérieure.

### **II.2.3 : Le calibrage de la sonde oxygène**

Pour obtenir une valeur sûre avec une sonde d'oxygène, il faut que le calibrage soit réalisé de façon très précise <sup>[19]</sup>.

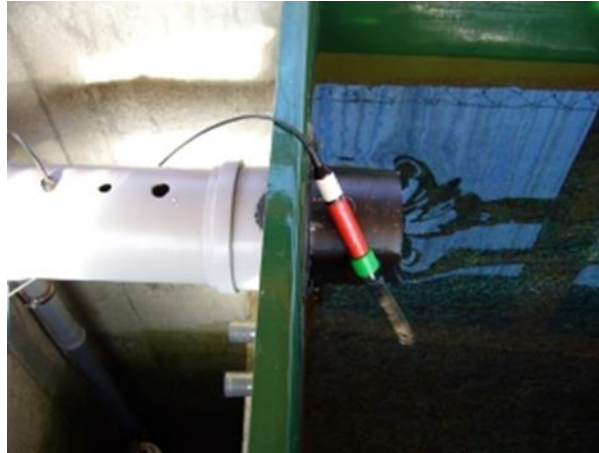
- Bien nettoyer la sonde avec un chiffon doux sans gratter l'extrémité qui est très sensible.



- Placer la sonde dans la cuve de calibrage en humidifiant la petite éponge (attention la cuve et la sonde doivent rester sèches).



- Puis accrocher la cuve pendant 30-60 minutes dans l'eau du bassin pour que la cuve soit à la même température que celle de l'eau du bassin.



- Procéder au calibrage de la sonde avec l'IKS, en indiquant comme paramètre de température ambiante celle de l'eau du bassin.



Quand le calibrage est effectué, laissez la sonde et la cuve dans l'eau et mettez votre centrale IKS sur mesure :

Il faut que la centrale vous indique une valeur de 102,3% pour être sûr que la sonde a bien été calibrée [19].

## II .2.4 : Méthode d'Etalonnage et calcul du potentiel carbone

### II.2.4.1. Etalonnage de la sonde

La thermobalance permet de connaître en continu la quantité de carbone transférée dans le matériau (technique de thermogravimétrie) et de maîtriser ainsi le traitement de cémentation en pilotant les débits de gaz dans le four.

A titre d'illustration nous avons présenté sur les **Figures III.2** et **III.3** deux exemples de courbes de thermogravimétrie expérimentales réalisées avec une concentration en carbone constante (**Figure III.2**) et variable (**Figure III.3**).

La thermobalance est équipée d'une sonde à oxygène qui permet de déterminer la pression partielle ( $PO_2$ ) et la force électromotrice à partir desquelles il est possible au moyen d'un logiciel de calculer le potentiel carbone.

Avant tout traitement nous avons étalonné la sonde à oxygène dans une atmosphère constituée de 20%  $O_2$  et 80%  $N_2$ . A partir de la tension  $E$  délivrée par la sonde à oxygène et la température de traitement, nous avons tracé la dépendance  $E=f(T)$ . Cette dépendance nous a permis de déterminer les équations de droites à partir desquelles nous avons déterminées les constantes  $a$  et  $b$  (Figures II.2 et II.3). En injectant ces constantes dans la relation (II.1), on peut calculer la pression partielle  $PO_2$  :

$$PO_2 = 0.2095 * 10^{\left(\frac{20.158 * E}{T} - \frac{20.158 * b}{T} - 20.158 * a\right)} \quad (II.1)$$

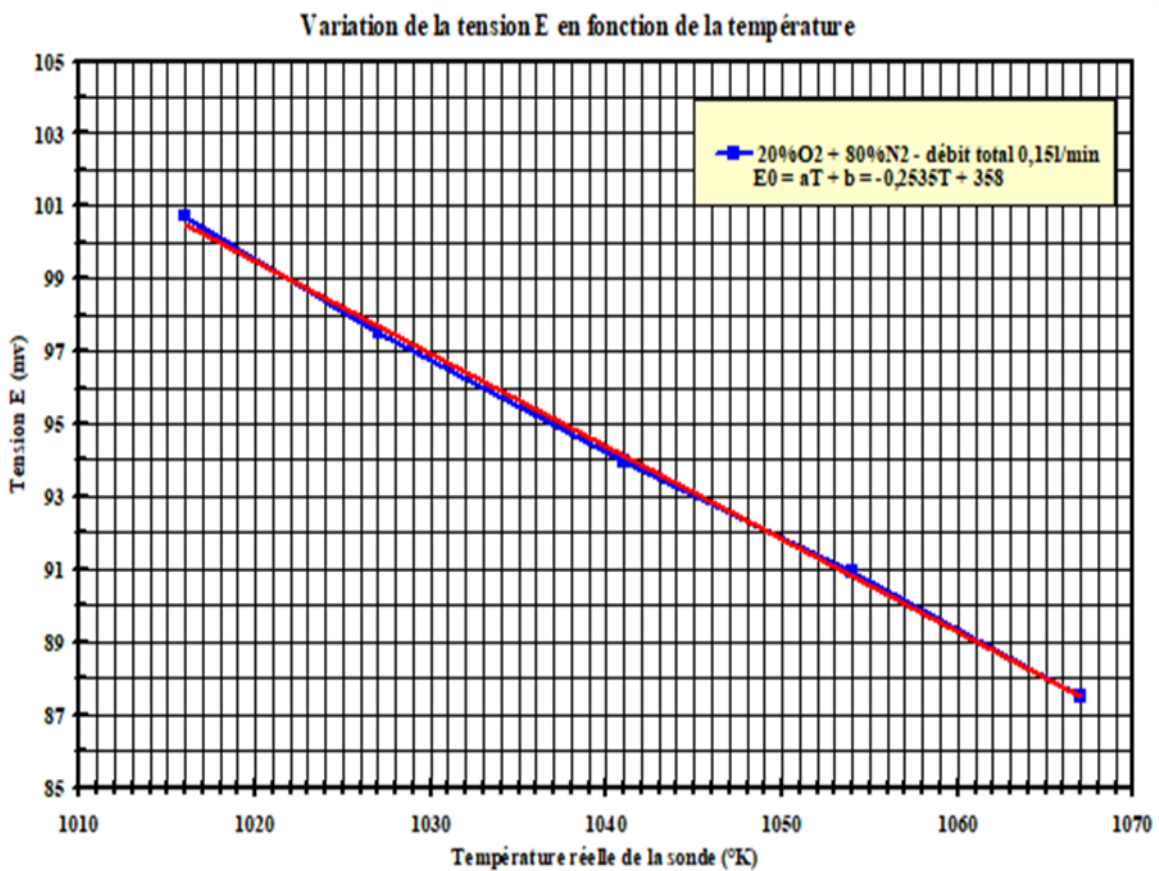


Figure II.2 : Courbe d'étalonnage expérimentale obtenue au moyen de la sonde à oxygène dans l'intervalle de température : 743 – 794°C [20].



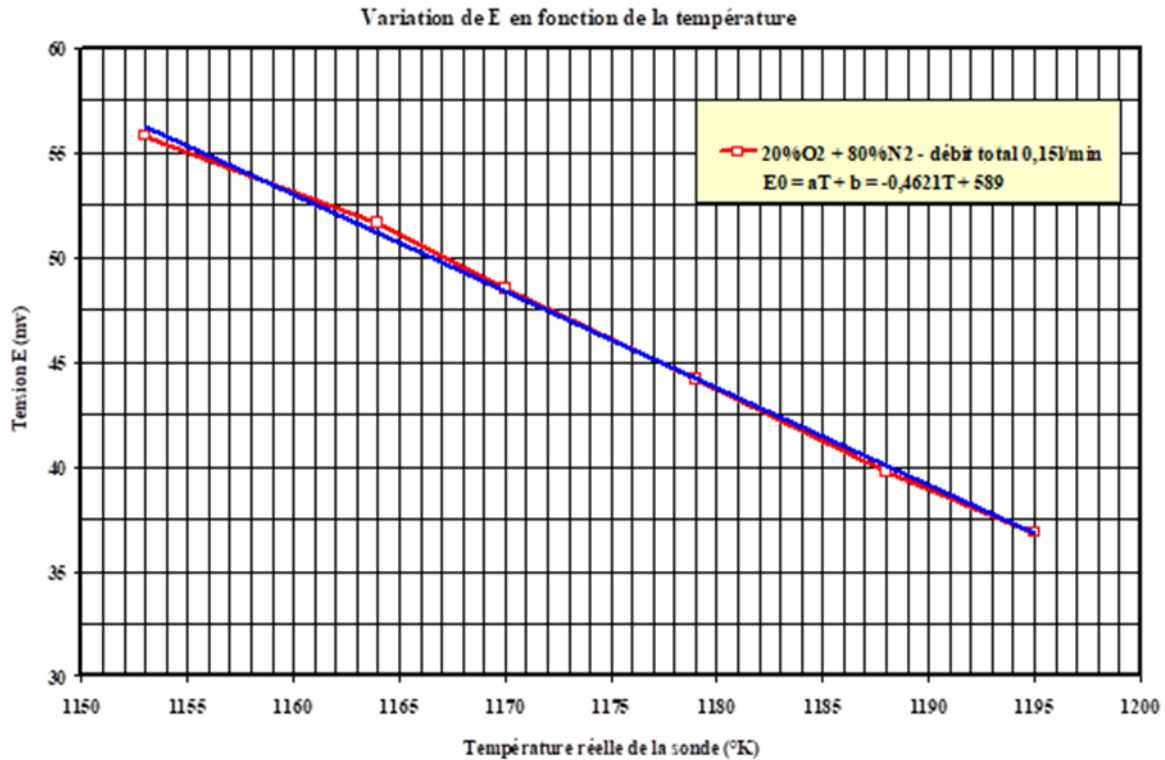


Figure II.3 : Courbe d'étalonnage expérimentale obtenue au moyen de la sonde à oxygène dans l'intervalle de température : 900 – 950°C [20].

L'étalonnage de la sonde a été effectué dans les intervalles de température suivants :

- entre 743 et 794°C ;
- entre 900 et 950°C.

#### II.2.4.2. Calcul de la pression partielle d'oxygène

En injectant ces constantes dans la relation (III.3), On peut calculer la pression partielle  $PO_2$ .

Le calcul de la pression partielle d'oxygène dans le gaz est effectué en appliquant la loi de Nernst :

$$E = E_0 + \frac{RT}{4F} \ln \frac{PO_2}{0.2095} \quad (\text{II.2})$$

$$PO_2 = 0.2095 \times 10^{\left(20.158 \times \frac{E-E_0}{T}\right)} \quad (\text{II.3})$$

Où

$E_0$  : est la tension de la micro jauge dans l'air (\*).

$E_0$  : dépend linéairement de T selon  $E_0 = aT + b$  soit :

$$PO_2 = 0.2095 \times 10^{\left(\frac{20.158 \times E}{T} - \frac{20.158 \times b}{T} - 20.158 \times a\right)} \quad (\text{II.4})$$

Avec :

T : est la température (en K°) de la microjauge.

E : sa tension (en mV).

$PO_2$  : est exprimée en atm.

(\*) : la mesure de la tension de la microjauge dans l'aire en fonction de la température permet d'obtenir une droite  $E_0 = aT + b$

Retracer cette courbe dans l'aire ou sous un gaz connu dont la pression partielle d'oxygène est connue avec les instruments de mesure utilisés en final permet d'améliorer la précision.

Connaissant T, on peut déterminer  $E_0$  qui est reporté dans la formule ci-dessus. Ne pas oublier d'exprimer T en degrés kelvin.

### II.2.4.3. Calcul l'activité du carbone

En utilisant l'équilibre chimique suivant :



La constante d'équilibre relative à la relation est (III.4) est la suivante :

$$K(T) = \exp \left( 10.65 + \frac{13354.04}{T} \right) \quad (II.6)$$

Avec :

$P_{CO}$  : pression partielle de CO.

$P_{O_2}$  : pression partielle d'oxygène.

$a_c$  : activité du carbone dissous dans l'austénite.

Comme  $K(T)$  est exprimée par la relation suivante :

$$K(T) = \exp \left( 10.65 + \frac{13354.04}{T} \right) \quad (II.7)$$

Sachant que l'on a 25% de CO dans le mélange de gaz cémentant, alors :

$$a_c = \frac{P_{CO}}{K(T) \sqrt{P_{O_2}}} \quad (II.8)$$

Avec :  $P_{CO} = 0.25 \text{ atm}$ .

#### d. calculs du potentiel carbone

L'activité du carbone en phase austénitique est donnée par la formule suivante :

$$a_c = 1.07 \times \left[ \exp \left( \frac{4798.6}{T} \right) \right] \cdot \frac{P_c}{K(T) \cdot \sqrt{P_{O_2}}} \quad (II.9)$$

A partir de la relation (III.8), nous avons calculé le potentiel de carbone suivant la relation

$$\frac{100 - 19.6 P_c}{P_c} = \frac{1.07}{a_c} \cdot \left[ \exp \left( \frac{4798.6}{T} \right) \right] \quad (II.10)$$

Avec :  $\beta = \frac{1.07}{a_c} \cdot [\exp(\frac{4798.6}{T})]$

$$\beta = \frac{1.07[\exp(\frac{4798.6}{T})] \cdot K(T) \cdot \sqrt{P_{O_2}}}{P_{C_o}} \quad (II.11)$$

Alors :

$$P_C = 100 \cdot \frac{P_{C_o}}{1.07 \cdot [\exp(\frac{4798.6}{T})] \cdot K(T) \cdot \sqrt{P_{O_2}} + 19.6 P_{C_o}} \quad (II.12)$$

Pc : potentiel de carbone.

## II.2.5 : Caractérisation des échantillons après cémentation

Après le traitement de cémentation, nous utilisons plusieurs moyens d'analyses qui Permettant d'examiner les caractéristiques de la microstructure obtenue.

### II.2.5.1. Observation métallographique

Après le polissage mécanique et finition à la pate diamantée (6.3 et 1 um), nous avons effectué une observation métallographique sans attaque pour mettre en évidence les couches oxydées.

Par la suit nous faisons subir à nos échantillons une attaque chimique au nital à 4% dans le but de révéler la microstructure résultant des divers traitements de préoxydation et de cémentation que nous avons réalisés sur l'acier 27MC5.

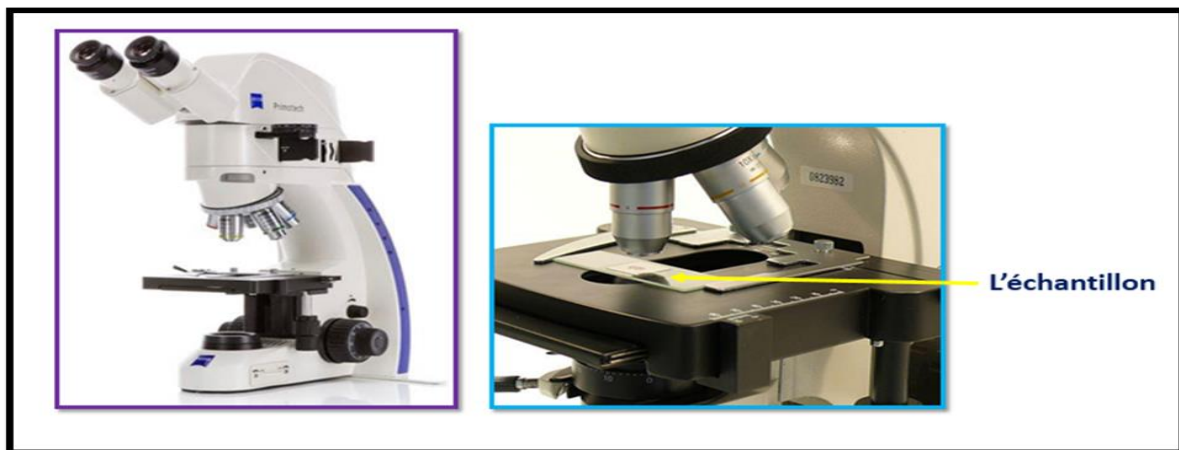


Figure II.4 : Dispositif de Microscope optique [20].

### II.2.5.2. Mesure de la Microdureté Hv

Elle permet de déterminer le niveau de dureté de la couche cémentée.

Elle consiste à enfoncer un pénétrateur (pyramide droite à base carrée) sur le métal à analyser.

La charge imposée sur l'indenteur est constante et on mesure les dimensions de l'empreinte par le biais d'un écran visuel.

Les essais sont réalisés sous une charge de 200 grammes et les mesures des empreintes sont faites en quinconce.

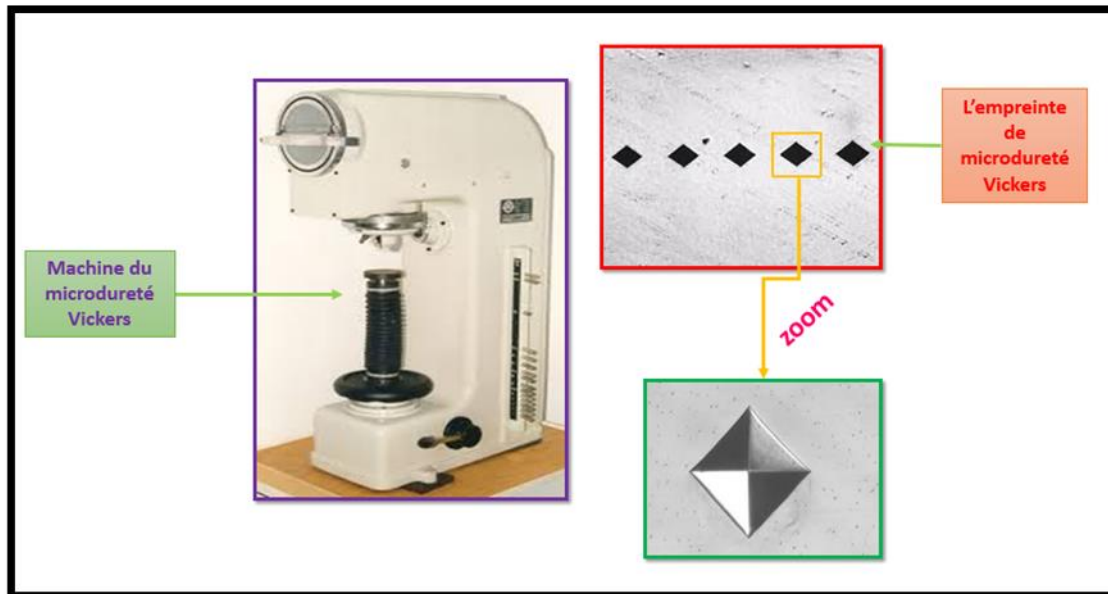


Figure II.5 : Microdureté Vickers [20].

### II.2.5.3. L'analyse par microsonde électronique de Castaing

La microsonde électronique nous permet de définir avec une grande précision le pourcentage des différents éléments qui composent l'alliage.

Cette méthode consiste en l'excitation puis à la désexcitation des atomes dont on cherche quantifier la concentration. Lors de désexcitation, les atomes émettent des radiations qui sont reçues par des spectromètres. Le cristal pivote et diffracte selon certains angles  $\theta$  (condition de Bragg).

#### Principe :

Lorsqu'une cible est bombardée par un faisceau d'électrons (la « sonde électronique »), le Domaine d'interaction du faisceau avec la matière constitue une « poire d'interaction ou d'excitation » (**Figure II.4**) dont les dimensions principales dépendent de la densité moyenne du matériau et de l'énergie des électrons incidents (donc de la tension accélératrice utilisée).

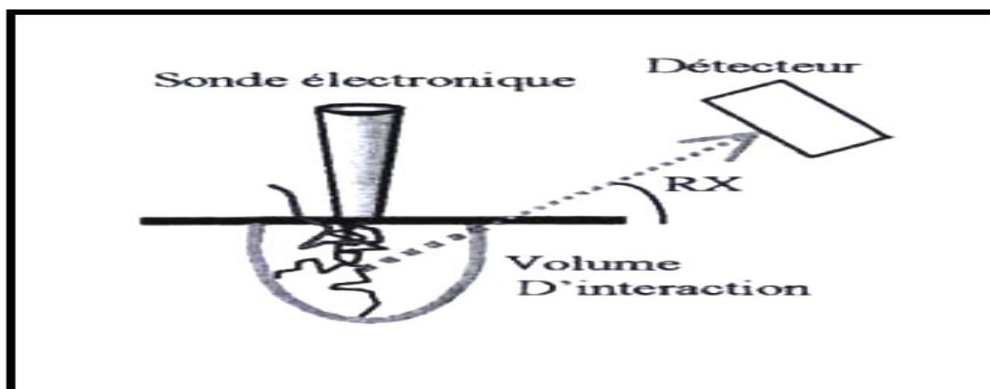


Figure II.4 : Volume d'interaction lors du bombardement d'une cible par un électron [20].

Ce volume d'interaction est la source d'émissions électroniques et électromagnétiques dont les rayons X sont caractéristiques des éléments excités.

L'analyse de carbone est effectuée au moyen d'une sonde électronique de Castaing. Les tensions d'accélération généralement employées sont de 5 à 20 KV selon l'élément à analyser. En raison des faibles émissions X caractéristiques, l'intensité du courant électronique est rarement inférieure à 100 nA. Les conditions d'analyse est résumé dans le **tableau II.2**.

**Tableau II.2 : Conditions d'analyse du carbone par microsonde électronique de Castaing<sup>[20]</sup>.**

Eléments	Témoins	Cristal	Témoin de la sonde Kv	Courant sonde nA	Haute tension du compteur
C	Aciers au carbone à l'état trempé	ODPB	5	103	1485
			<b>Bruit de fond</b>		
Eléments	Type de raie	Sin $\theta$	Sin $\theta$ (à gauche du pic)	Sin $\theta$ (à droite du pic)	
C	K $\alpha$	44500	38000	50000	

### **II.3. CONCLUSION**

Dans ce chapitre, nous avons présenté une description sommaire de l'appareillage expérimentale que nous avons utilisé pour réaliser les différents traitements de cémentation en phase gazeuse au moyen des mélanges oxygène, azote, hydrogène et monoxyde de carbone.

La méthodologie que nous allons adopter pour répondre aux objectifs fixés est la suivante :

**Expérimentation :** La thermobalance est équipée d'une sonde à oxygène qui permet de déterminer la pression partielle ( $PO_2$ ) et la force électromotrice à partir desquelles il est possible au moyen d'un logiciel de calculer le potentiel carbone.

**Caractérisation :** parobservation métallographique, microdureté, microsonde électronique etc.....

**Résultats et discussions :** ces traitements sont réalisés dans le but de déterminer l'influence de la couche d'oxyde formée à 750°C sur la cinétique de diffusion de carbone pendant le traitement de cémentation notamment sur les profils de microdureté et de concentration en carbone.



**CHAPITRE III**  
**RESULTATS EXPERIMENTAUX**  
**ET DISCUSSION**

## **CHAPITRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION**

<b>III.1. INTRODUCTION</b>	<b>43</b>
<b>III.2. TRAITEMENTS DE PREOXYDATION ET DE CEMENTATION</b>	<b>43</b>
<b>III.3. ESSAIS DE PREOXYDATION ET DE CEMENTATION DE L'ACIER 27MC5</b>	<b>44</b>
<b>III.3.1. Essai N°1 (repère Ren 5).</b>	<b>44</b>
<b>III.3.2. Essai N°2 (repère Ren 6).</b>	<b>46</b>
<b>III.3.3. Essai N°3 (repère Ren 7).</b>	<b>48</b>
<b>III.3.4. Essai N°4 (repère Ren 8).</b>	<b>50</b>
<b>III.4. COMPARAISON ET INTERPRETATION DES RESULTATS</b>	<b>52</b>
<b>III.4.1. Essai de thermogravimétrie.</b>	<b>52</b>
<b>III.4.2. Profils de concentration en carbone.</b>	<b>53</b>
<b>III.4.3. Observation métallographique.</b>	<b>54</b>
<b>III.4.4. Profils de microdureté.</b>	<b>56</b>
<b>III.4.5. Influence de la couche d'oxyde sur la cinétique de diffusion du carbone.</b>	<b>57</b>
<b>III.5. CONCLUSION</b>	<b>60</b>



## CHAPITRE III

### RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION

#### III.1. INTRODUCTION

L'étude bibliographique que nous avons effectuée dans le premier chapitre de ce mémoire nous a permis de comprendre les cinétiques ainsi que les mécanismes de transfert de carbone en phase gazeuse, à l'interface gaz solide et dans le solide. Notre objectif consiste à :

- Réaliser sur l'acier 27MC5 différents traitements de cémentation dans des conditions différentes et de mettre en évidence l'influence de la couche d'oxyde préalablement formée à la température de 750°C sur la cinétique de diffusion du carbone notamment sur le gradient de concentration en carbone et sur le gradient de dureté.
- Maitriser et calculer le potentiel carbone à partir d'essais de cémentation réalisés par thermogravimétrie. Le contrôle du potentiel carbone au cours de la cémentation est rendu possible au moyen d'une sonde à oxygène.
- Interpréter les résultats obtenus.

#### III.2. TRAITEMENTS DE PREOXYDATION ET DE CEMENTATION

Les traitements de préoxydation et de cémentation sont réalisés sur l'acier 27MC5 dans les conditions du (Tableau III.1).

Tableau III.1.a. b : Conditions opératoires des traitements de préoxydation et de cémentation de l'acier 27MC5. (Oxydation – Chauffage- Maintien-Cémentation)<sup>[20]</sup>.

N° de l'essai	OXYDATION	CHAUFFAGE	MAINTIEN	CEMENTATION
REN 5	750°C – 18 min (99.8% N <sub>2</sub> +0.2% O <sub>2</sub> ) PO <sub>2</sub> = 10 <sup>-4</sup> (atm)	(750°C–908°C) - 40 min Sous N <sub>2</sub> + 1cc/min O <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> = 10 <sup>-4</sup> (atm)	908°C – 8 min Sous N <sub>2</sub> + 1cc/min O <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> = 0 K – 10 <sup>-4</sup> (atm)	908°C – 163 min (25% CO + 25% N <sub>2</sub> + 50% H <sub>2</sub> + 1cc/min O <sub>2</sub> ) PO <sub>2</sub> = 10 <sup>-20</sup> (atm)
REN 6	750°C – 18 min (99.8% N <sub>2</sub> +0.2% O <sub>2</sub> ) PO <sub>2</sub> = 0 k - 10 <sup>-4</sup> (atm)	(750°C–900°C) -46min Sous N <sub>2</sub> + 1cc/min O <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> = 0 k – 10 <sup>-4</sup> (atm)	900°C – 35 min Sous 50% N <sub>2</sub> + 50 % H <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> = 0 k - 10 <sup>-4</sup> (atm)	908°C – 163 min (25% CO + 25% N <sub>2</sub> + 50% H <sub>2</sub> + 1cc/min O <sub>2</sub> ) PO <sub>2</sub> = 10 <sup>-20</sup> (atm)

N° de l'essai	MAINTIEN	CHAUFFAGE	MAINTIEN	CEMENTATION
REN 7	750°C – 10 min Sous 500cc/min N <sub>2</sub>	(750°C–900°C) – 44min Sous 500cc/min N <sub>2</sub>	900°C – 5 min Sous 500cc/min N <sub>2</sub>	900°C – 150 min (25% CO + 25% N <sub>2</sub> + 50% H <sub>2</sub> + 1cc/min O <sub>2</sub> ) PO <sub>2</sub> = 10 <sup>-20</sup> (atm)
REN 8	750°C – 42 min Sous 500cc/min N <sub>2</sub>	(750°C–900°C) – 45min Sous 500cc/min N <sub>2</sub>	900°C – 5 min Sous 500cc/min N <sub>2</sub>	900°C – 150 min (25% CO + 25% N <sub>2</sub> + 50% H <sub>2</sub> ) PO <sub>2</sub> = 10 <sup>-20</sup> (atm)

### III.3 : ESSAIS DE PREOXYDATION ET DE CEMENTATION DE L'ACIER 27MC5

#### III. 3.1. Essai n°1 (repère Ren 5)

L'échantillon en acier 27MC5 est introduit dans le four de la thermobalance à la température de 750°C. Les **Figures III.1** et **III.2** indiquent respectivement la variation de la prise de masse et du signal sonde correspondant en fonction du temps de traitement.

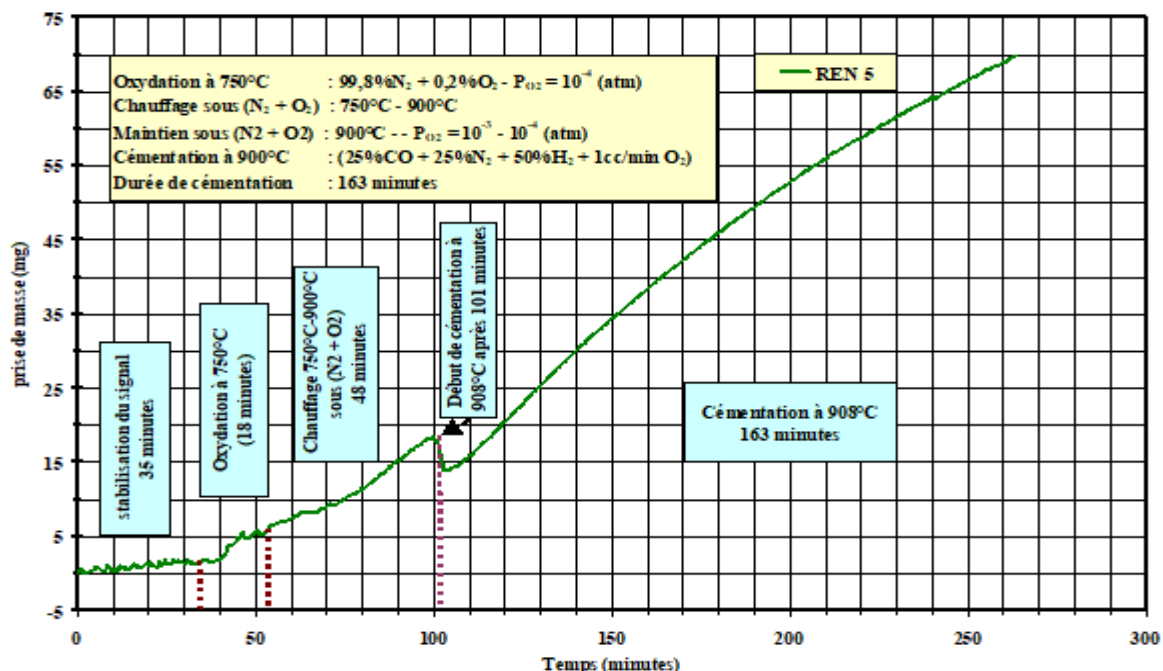


Figure III.1 : Variation expérimentale de la courbe de prise de masse de l'échantillon 27MC5 préoxydé à 750°C et cémenté à 908°C [20].

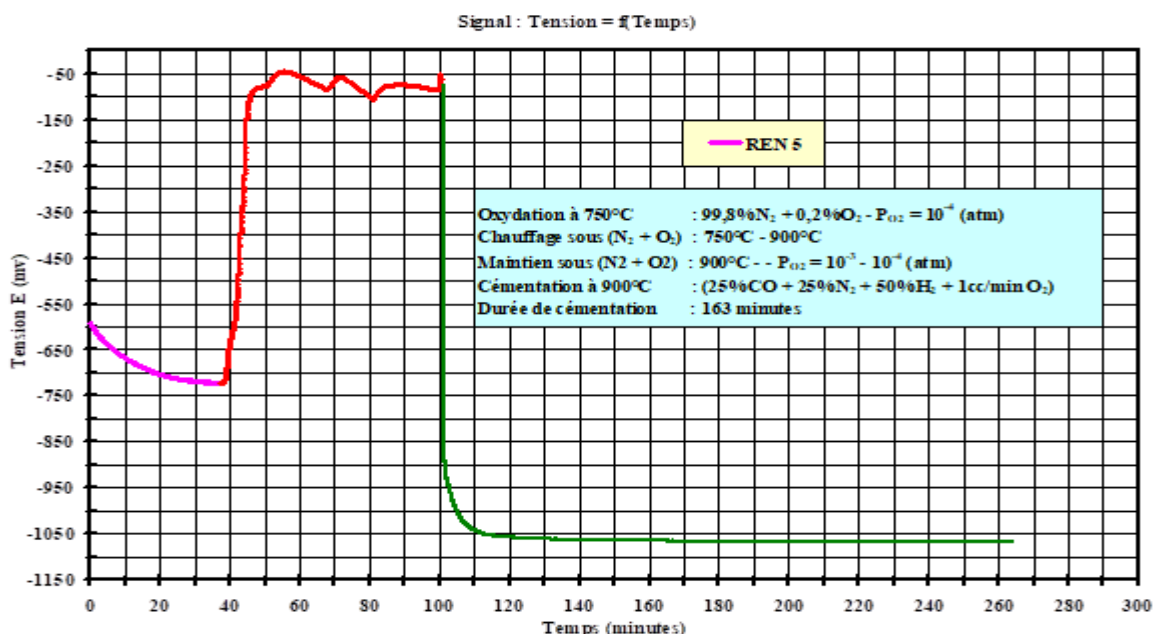


Figure III.2 : Variation du signal sonde en fonction du temps de l'échantillon 27MC5 préoxydé à 750°C et cémenté à 908°C [20].

On constate que :

- Dans l'intervalle (0 - 35) minutes : stabilisation du signal de la sonde de l'oxygène.
- Dans l'intervalle (35 – 53) minutes (35+18) : l'échantillon est oxydé a la température de 750°C pendant 18 minutes dans une atmosphère constituée de 80%de N<sub>2</sub> et 20%de O<sub>2</sub>.
- Dans l'intervalle de 53 à 101 minutes : chauffage de l'échantillon de 750°C à 908°C plus maintien à 908 °C dans un mélange constitué de 500 cc/min d'azote et 1 cc/min d'oxygène.
- Dans l'intervalle 101 à 264 minutes soit 163 min : cémentation de l'échantillon 27MC5 à 908°C dans une atmosphère constituée de 25%CO, 25%N<sub>2</sub>, 50% H<sub>2</sub> et 1 cc/min de O<sub>2</sub>.

Après stabilisation du signal de la sonde, la f.e.m. est de -721 (mV) à 35 minutes. Durant le traitement de l'oxydation la f.e.m. passe de -721 à -75(mV) au bout de 18 minutes d'oxydation. Les calculs montrent que la pression partielle d'O<sub>2</sub> est de 10<sup>-4</sup> atm.

Après chauffage et maintien de l'échantillon à la température de 908°C la f.e.m passe de -75 à -84(mV).

Pendant le traitement de cémentation le signal délivré par la sonde passe de -84 à -1067 (mV). Les calculs du potentiel carbone à partir de la relation (II.12) indique un potentiel carbone égale à 0,65% C.

### **REMARQUES :**

Il faut toutefois noter que les valeurs indiquées du signal de la sonde E sont obtenues après :

- ❖ Etalonnage de la sonde dans les intervalles d'oxydation (entre 743 et 794°C) et de cémentation (entre 900 et 950°C).
- ❖ Calcul de pression partielle d'oxygène PO<sub>2</sub>.
- ❖ Calcul des activités de carbone.
- ❖ Calcul le potentiel de carbone.

Pendant le traitement de cémentation, le potentiel carbone croît progressivement de 0,27 à 0,65. La **Figure III.3** indique la variation du potentiel carbone en fonction du temps de traitement de cémentation.

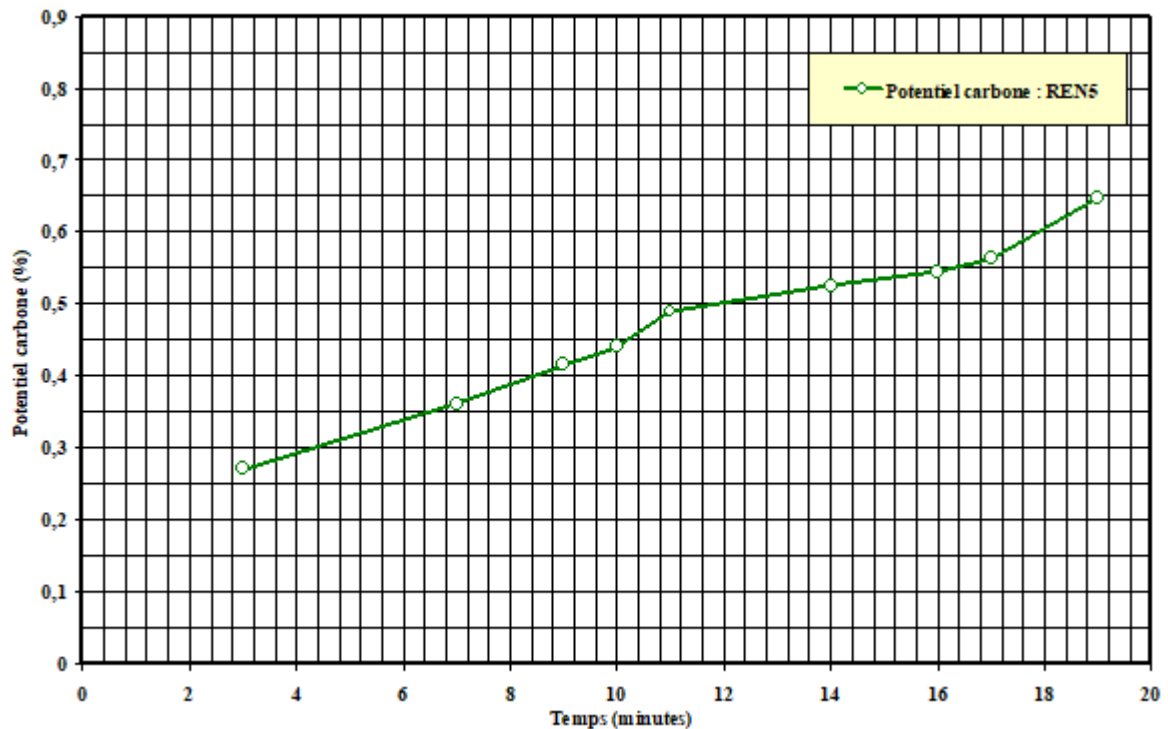


Figure III.3 : Variation du potentiel carbone en fonction du temps de cémentation de l'acier 27MC5<sup>[20]</sup>.

On constate que :

- 1) le potentiel de carbone dans l'intervalle (0-19min) augmente progressivement de 0.27% (f.e.m= -87 mv) jusqu'à 0.65%C (f.e.m= -1067 mv).
- 2) Au – de là de 19 min le potentiel de carbone est maintenu constant est égale à 0.65%C.

### III.3.2. Essai N°2 (Repère Ren 6) :

Ces **Figures III.4** et **III.5** présentent respectivement les variations de la prise de masse de nos échantillons et du signal de la sonde correspondants en fonction du temps.

On constate que le Pc croît progressivement au cours du temps pour atteindre une valeur de 0,65 au bout de 20 minutes environ. Ce potentiel reste pratiquement constant jusqu'à la fin du traitement.

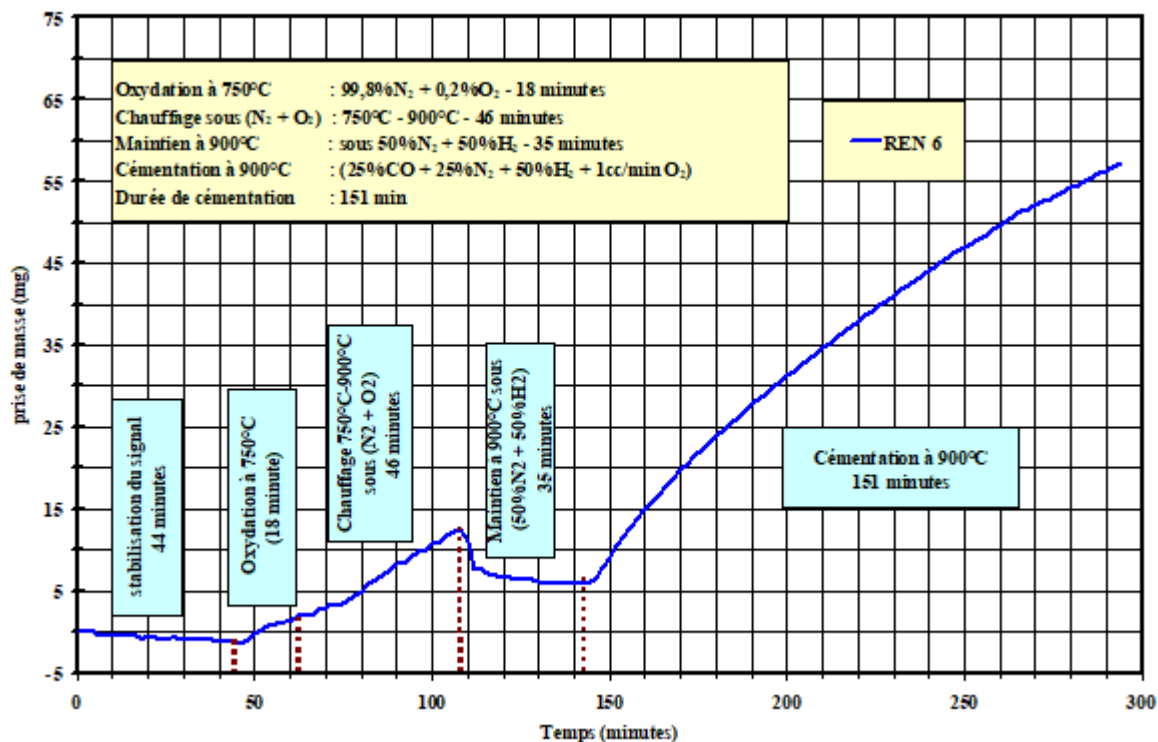


Figure III.4 : Variation expérimentale de la courbe de prise de masse de l'échantillon 27MC5 préoxydé à 750°C et cémenté à 900°C [20].

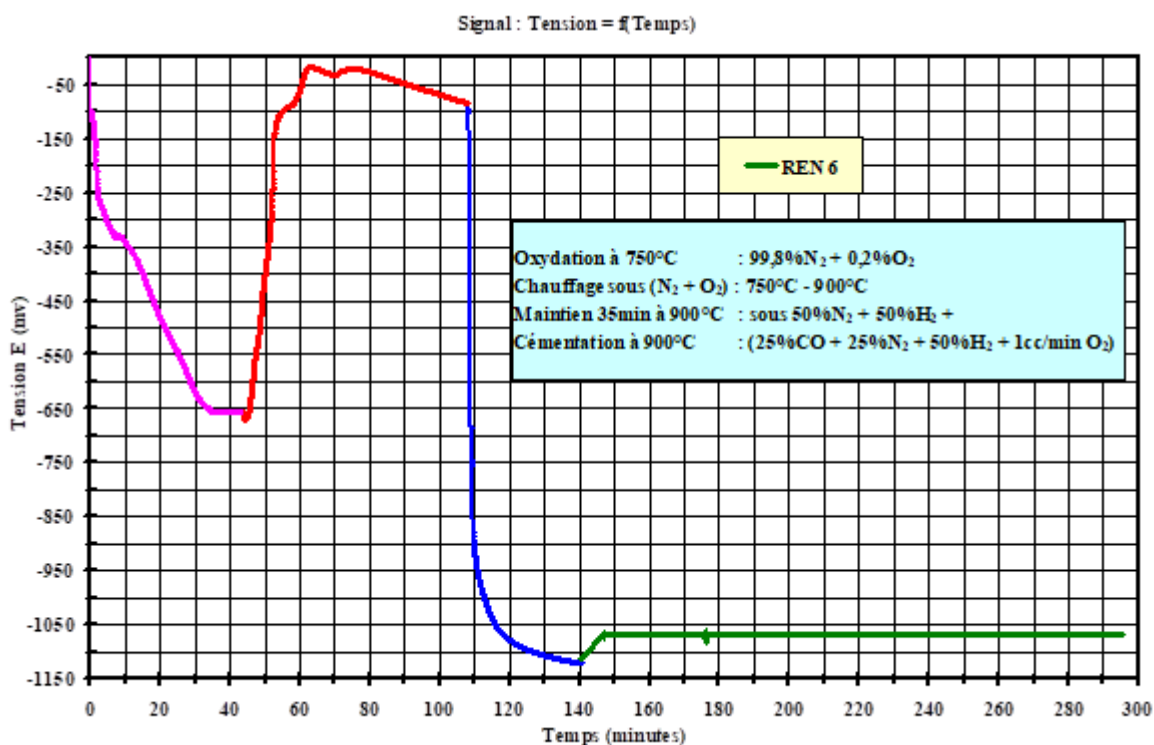


Figure III.5 : Variation du signal sonde en fonction du temps de l'échantillon 27MC5 préoxydé à 750°C et cémenté à 900°C [20].

L'essai Ren 6 est réalisé pratiquement dans les mêmes conditions que l'essai précédent Ren 5. La différence entre ces 2 essais comme l'indique le **tableau III.1a** et que l'échantillon Ren 6 a été maintenu à la température de 900°C pendant 35 minutes dans un mélange de gaz constitué de 50% N<sub>2</sub> et 50% H<sub>2</sub>.

L'objectif consiste à étudier l'influence de l'hydrogène pendant le maintien à 900°C sur la couche d'oxyde formée à 750°C (réduction ou pas de la couche d'oxyde Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>).

A la différence de l'essai Ren 5, on constate, en observant la **Figure III.4**, que, dans l'intervalle 108 à 143 minutes, la prise de masse de l'échantillon décroît progressivement de 12,5 à 6 mg environ.

Cette perte de masse est due probablement à la réduction de la couche d'oxyde (formé à 750°C) pendant le maintien à 908 °C sous N<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>.

Il est à noter par ailleurs que le potentiel carbone calculé à 151 min de cémentation est d'environ 0,69.

### **III. 3.3 : Essai N°3 (repère Ren 7)**

Les courbes de variation de la prise de masse et du signal sonde, en fonction du temps, sont présentées sur les **Figures III.6** et **III.7** :

Nous constatons :

- Les dix premières minutes servent à stabiliser le signal de la sonde ;
- De 0 à 54 minutes : Chauffage sous N<sub>2</sub> pendant 44 min ;
- De 54 à 59 minutes : Maintien pour l'égalisation de la température de l'échantillon ;
- De 59 à 109 minutes : cémentation pendant 50 minutes.

L'essai N°3 (Ren 7) a été réalisé volontairement sans traitement de préoxydation afin de pouvoir le comparer aux traitements précédents (1 et 2).

Le potentiel carbone calculé à partir de la relation **(III.6)** indique une teneur de 0,645%C.

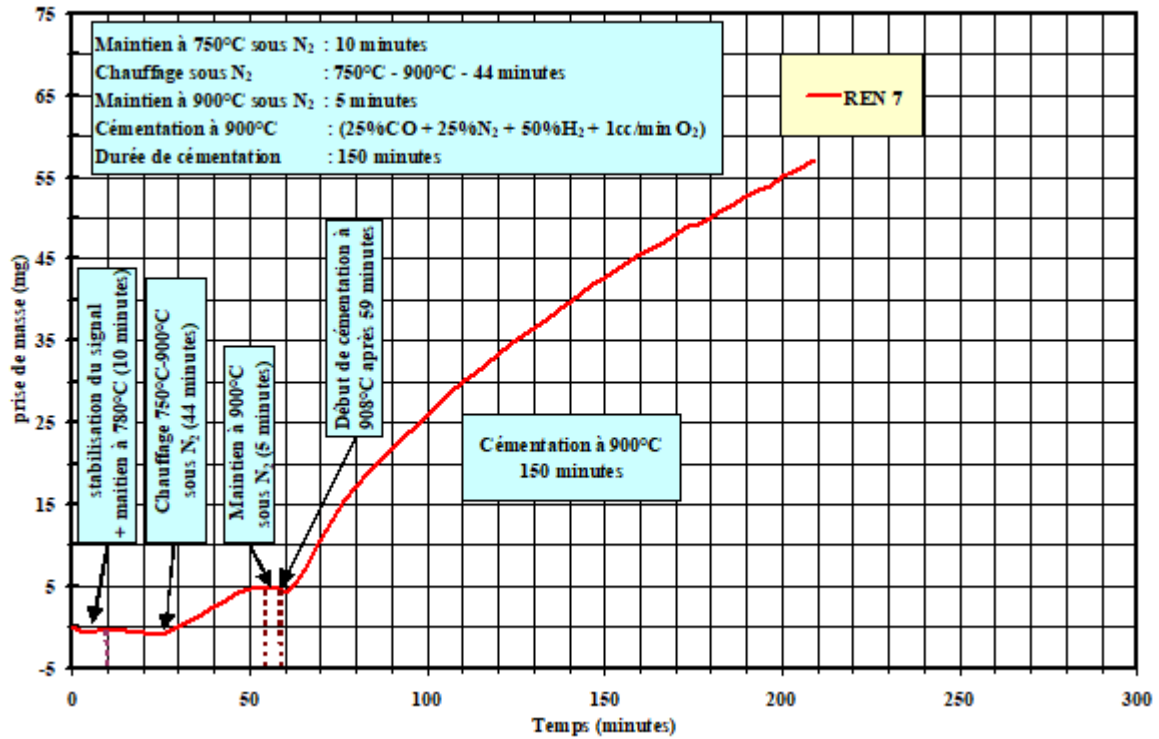


Figure III.6 : Variation expérimentale de la courbe de prise de masse de l'échantillon 27MC5 cémenté à 900°C [20].

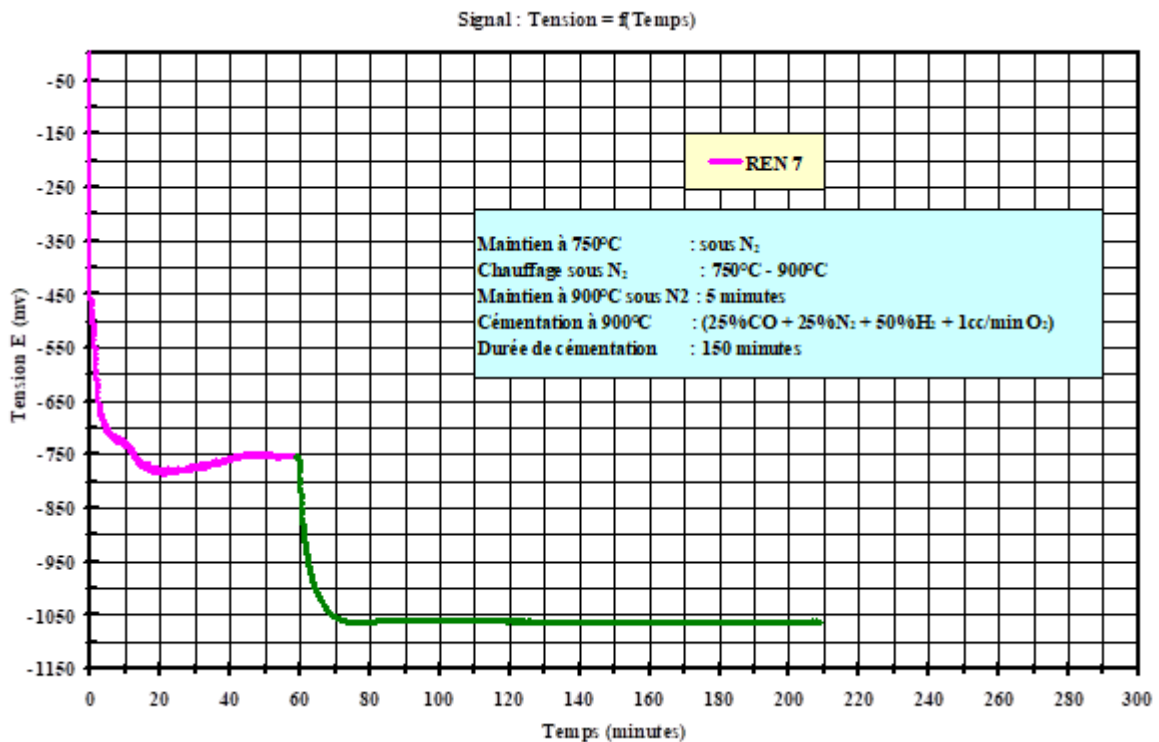


Figure III.7 : Variation du signal sonde en fonction du temps de l'échantillon 27MC5 cémenté à 900°C [20].

III.3.4 : Essai N° 4 (repère Ren 8)

Les Figures III.8 et III.9 indiquent les courbes de variations de la prise de masse de l'échantillon et du signal sonde en fonction du temps.

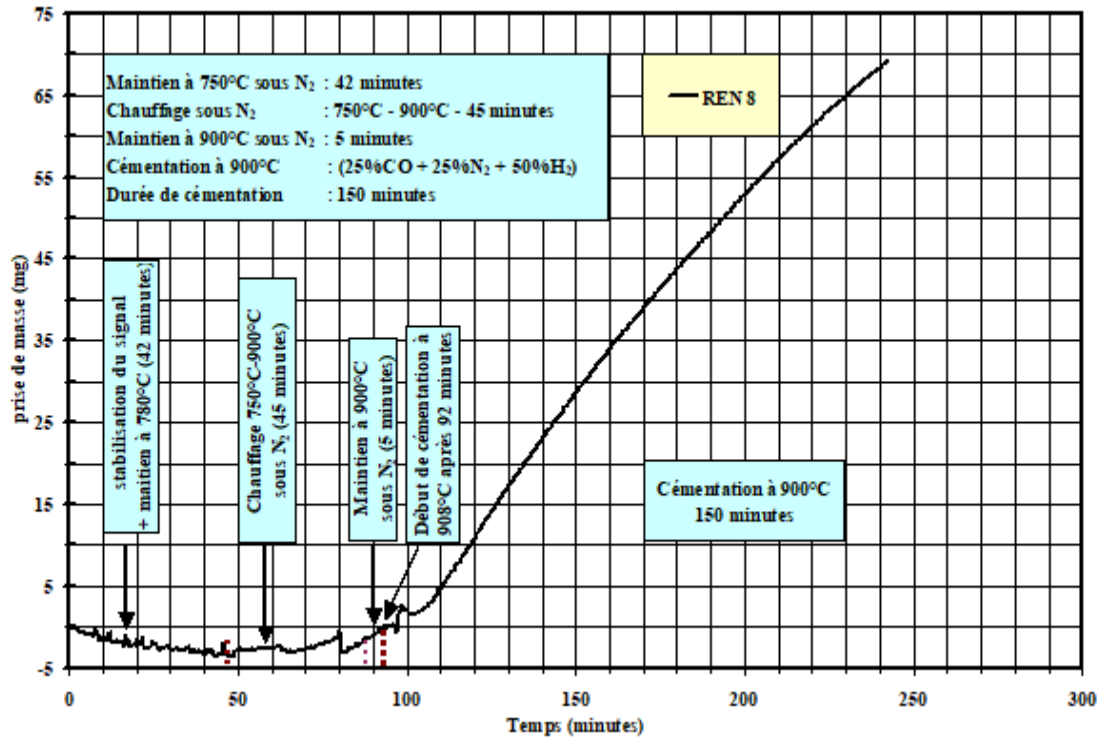


Figure III.8 : Variation expérimentale de la courbe de prise de masse de l'échantillon 27MC5 cimenté à 900°C [20].

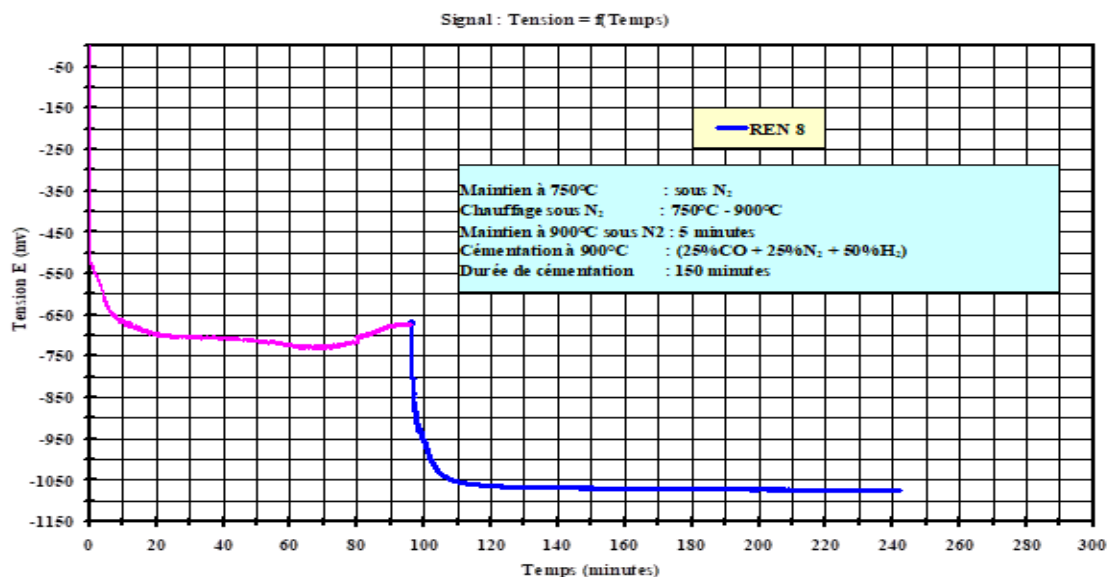


Figure III.9 : Variation du signal sonde en fonction du temps de l'échantillon 27MC5 cimenté à 900°C [20].

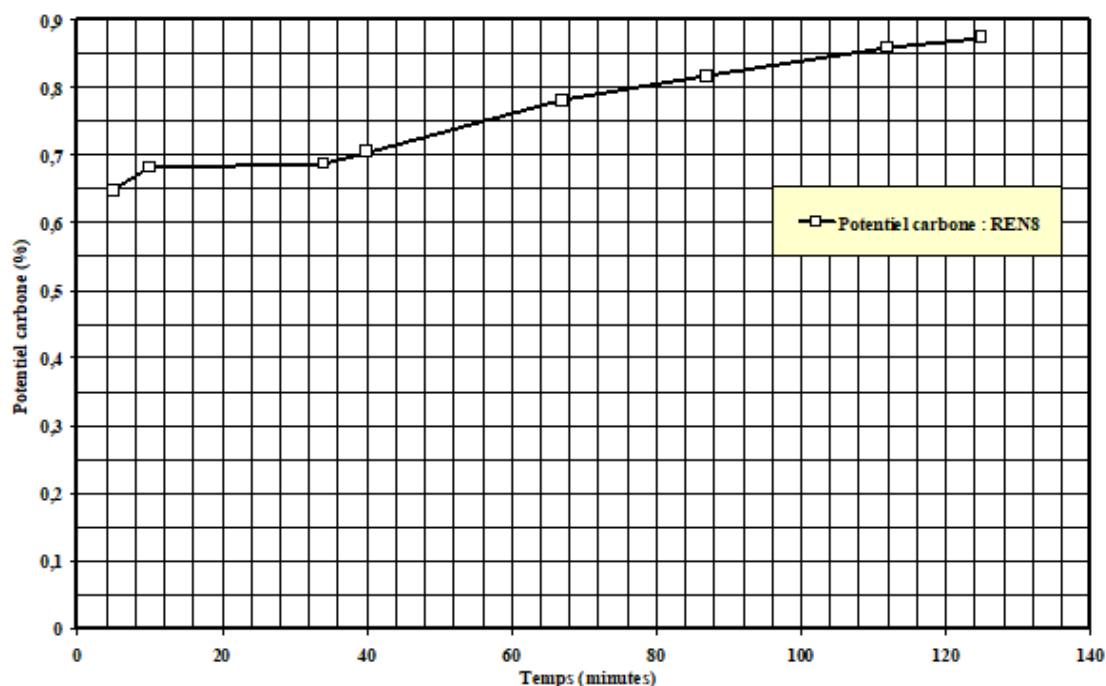


L'essai N°4 (Repère Ren 8) a été réalisé dans les mêmes conditions que l'essai N°3 (Repère Ren 7) à la différence que pendant le traitement de cémentation nous avons utilisé un mélange de gaz sans O<sub>2</sub> :

La composition du mélange est de 25% CO, 25% N<sub>2</sub>, 50% H<sub>2</sub>. (Voir tableau III.1b).

L'objectif consiste à comparer l'essai Ren 8 aux divers traitements réalisés précédemment avec un apport d'oxygène pendant le traitement de cémentation.

La **Figure III.10** indique la variation du potentiel de carbone en fonction du temps de l'essai. On peut noter que la variation de carbone varie entre 0,67 et 0,87.



**Figure III.10 : Variation du potentiel carbone en fonction du temps de cémentation de l'acier 27MC5 [20].**

On constat que :

- 1) Le potentiel de carbone dans l'intervalle (0-125min) augmente progressivement 0,67%C (f.e.m = -650 mv) jusqu'à 0.87%C (f.e.m=-1121mv).
- 2) Au – delà de 125min le potentiel carbone est maintenu constant est égal à 0,87%C.

Le tableau III.2 indique les résultats de potentiels carbonés calculés pour les essais de Préoxydation et de cémentation sur l'acier 27MC5 dans les conditions opératoires :

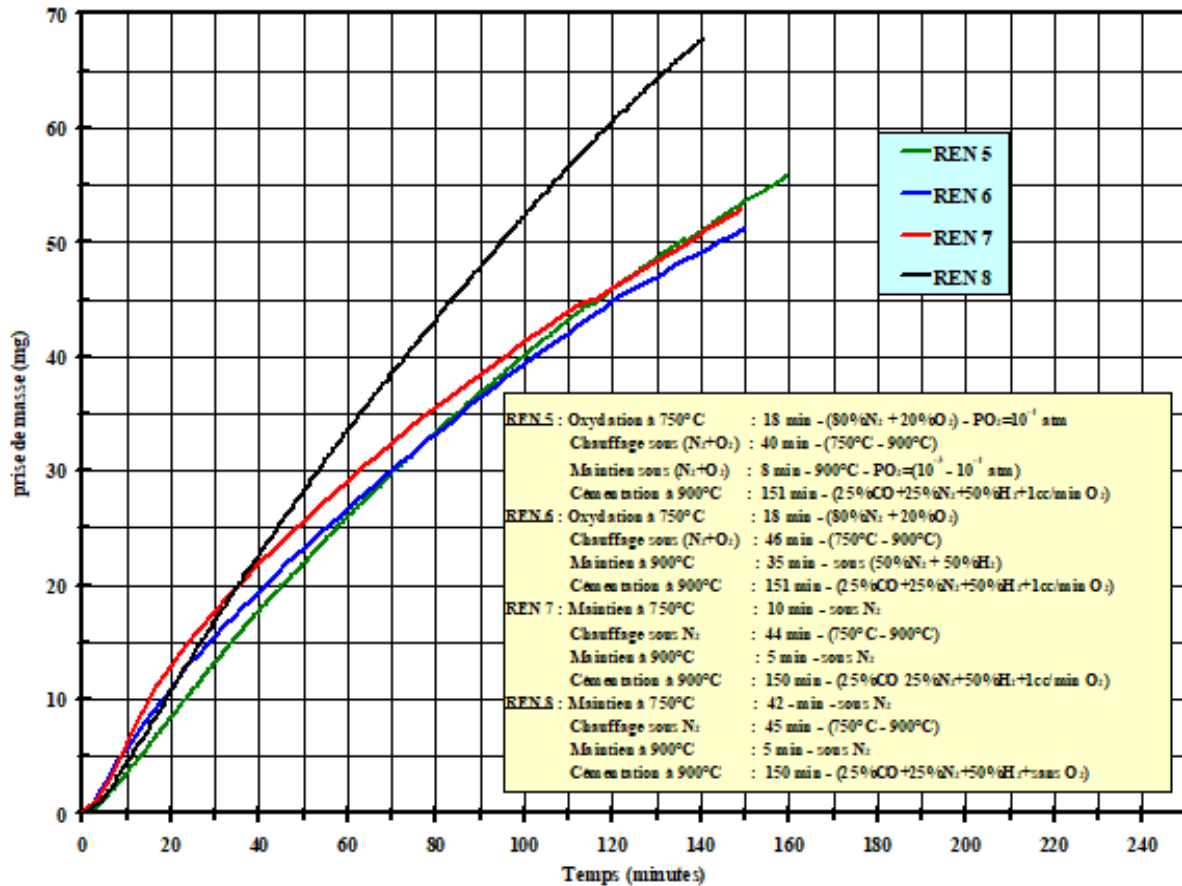
**Tableau III.2 : Résultat des calculs des potentielles carbonés relatifs aux différents essais réalisés [20].**

ESSAIS	T (C°)	E (mv)	Po <sub>2</sub> (atm)	Pco (atm)	a <sub>c</sub>	Pc %	Cs %
REN5	900	-1053	2,110.10 <sup>-19</sup>	0.25	0.774	0.65	0.87
REN6	900	-1108	2,126.10 <sup>-20</sup>	0.25	0.499	0.69	0.87
REN7	900	-1107	2,162.10 <sup>-20</sup>	0.25	0.495	0.68	0.87
REN8	900	-1121	2,261.10 <sup>-20</sup>	0.25	0.648	0.86	1.2

### III.4. COMPARAISON ET INTERPRETATION DES RESULTATS

#### III.4.1. Essais de thermogravimétrie

Sur la **Figure III.11**, nous avons superposé les courbes de variation de la prise de masse des échantillons pour les divers traitements réalisés.



**Figure III.11 : Superposition des courbes de prise de masse des échantillons 27MC5 en fonction du temps<sup>[20]</sup>.**

Ces courbes correspondent à la phase de cémentation pour la température de 908 °C.

A partir de ces courbes de prise de masse, nous avons calculé le flux de carbone suivant la relation :

$$J(t) = 1/S * \frac{\Delta(M)}{\Delta(t)} \quad (III.12)$$

**J(t)** : flux de carbone (mg.mm<sup>-2</sup>. S<sup>-1</sup>)

**S** : est la section de l'échantillon (2770 mm<sup>2</sup>)

**Δ(t)** : est la variation du temps (s)

**Δ(M)** : est la variation de masse de carbone (mg)

Les **tableaux III.3** et **III.4** indiquent les flux de transfert de carbone calculés dans les intervalles 10-20 minutes et 100-110minutes :

**Tableau III.3 : Flux de carbone calculé au début du traitement de cémentation entre 10 et 20 minutes <sup>[20]</sup>.**

Début de traitement de cémentation entre 10 et 20 (min)	Temps $\Delta t$ (min)	Variation de la masse de carbone $\Delta M$ (mg)	Flux $J(t)$ mg.mm <sup>-2</sup> . s <sup>-1</sup>
REN5	10	4.78	$3.511 \cdot 10^{-6}$
REN6	10	5.21	$3.830 \cdot 10^{-6}$
REN7	10	6.52	$4.788 \cdot 10^{-6}$
REN8	10	6.08	$4.469 \cdot 10^{-6}$

**Tableau III.4 : Flux de carbone vers la fin de traitement de cémentation entre 100 et 110 minutes <sup>[20]</sup>.**

Début de traitement de cémentation entre 10 et 20 (min)	Temps $\Delta t$ (min)	Variation de la masse de carbone $\Delta M$ (mg)	Flux $J(t)$ mg.mm <sup>-2</sup> . s <sup>-1</sup>
REN5	10	2.608	$1.915 \cdot 10^{-6}$
REN6	10	2.391	$1.755 \cdot 10^{-6}$
REN7	10	2.608	$1.915 \cdot 10^{-6}$
REN8	10	2.713	$1.999 \cdot 10^{-6}$

Les résultats de calculs montrent que le flux de carbone est plus important (au début et à la fin du traitement) dans le cas de l'essai Ren 8 réalisé sans traitement de préoxydation et sans apport d'oxygène pendant le traitement.

#### **III.4.2 : Profils de concentration en carbone**

Le profil de concentration carbone des différents essais réalisés sont présentés dans la **Figure III.12**. Ces profils sont obtenus par microsonde sur des coupes transversales préalablement polies et non attaquées.

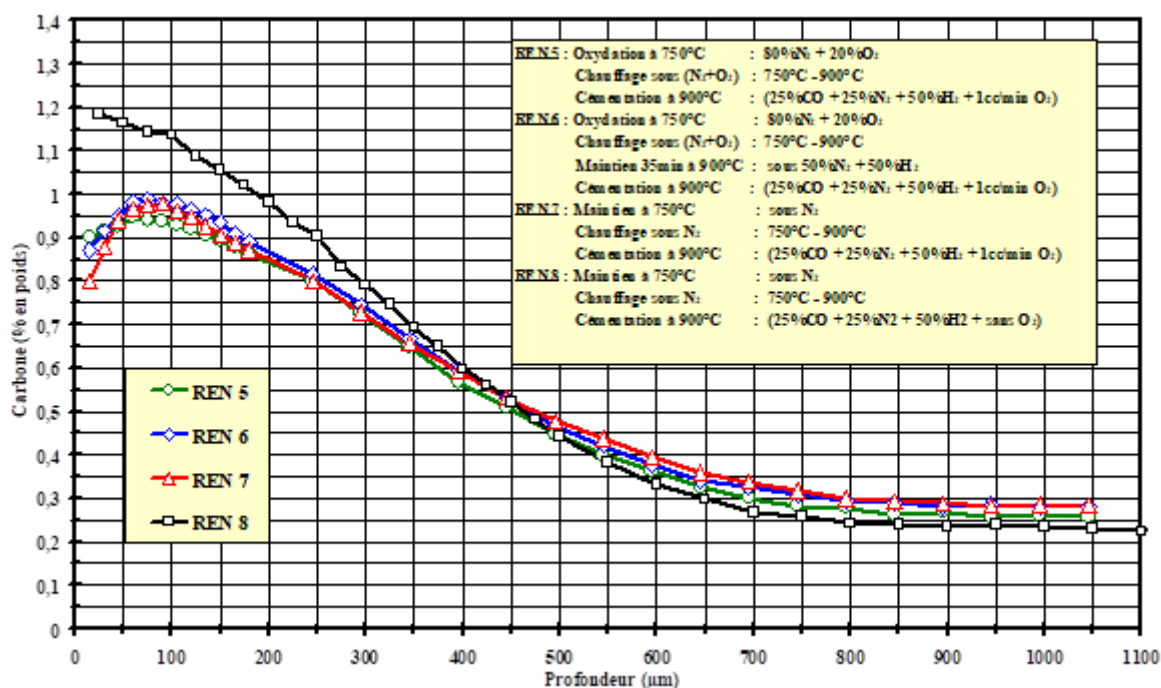


Figure III.12 : Profils de concentration en carbone de l'acier 27MC5 préoxydé à 750° C et cémenté à 900°C.

On constate en particulier que :

- 1) Les profils de carbone relatifs aux essais Ren 5, Ren 6, Ren 7 sont comparables. En revanche, le profil de carbone relatif à l'essai Ren 8 est plus important.
- 2) Pour une profondeur de 50 µm. La concentration carbone relative à l'essai Ren 8 est d'environ 1,15% alors que pour les aciers Ren5, Ren 6 et Ren 7 leur concentration est plus faible 0.95 % de carbone en poids.
- 3) Pour une profondeur de 400 µm tous les profils de concentration se superposent.
- 4) Pour une profondeur d'efficace 610µm, définie comme étant égale à la dureté à cœur de l'acier 27MC5 +100HV, la concentration en carbone est de 0,35 % C.
- 5) La profondeur totale de diffusion est de 700µm pour tous les échantillons.

### III.4.3 : Observations métallographiques

Au vu des résultats obtenus précédemment, nous avons choisi de comparer les micrographies optiques relatives aux essais REN7 et REN8.

La **Figure III.13** illustre les micrographies optiques obtenues après traitements de préoxydation et de cémentation (REN7) et après cémentation (REN8).

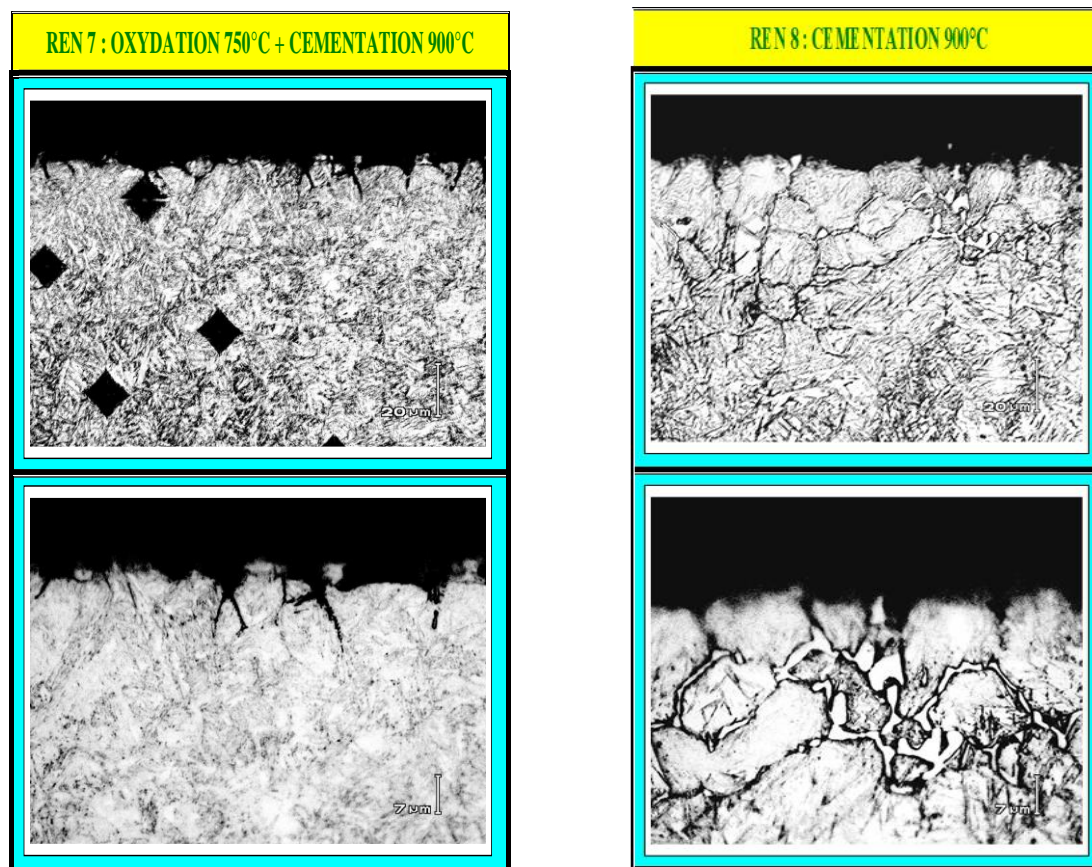


Figure III.13 : Micrographie optiques relatives aux échantillons REN7 et REN8 [20].

L'attaque des échantillons au nital (95% d'alcool éthylique et 5% d'acide nitrique) révèle la microstructure des deux échantillons.

Dans le cas de l'essai REN7, on note la présence de deux phases : la martensite et l'austénite résiduelle. En revanche, dans le cas de l'essai REN8, outre la martensite et l'austénite résiduelle, on constate la présence de la cémentite aux joints de grains témoin d'une concentration en carbone à la surface plus importante.

Les micrographies relatives aux deux essais REN7 et REN8 corroborent parfaitement les résultats de la microsonde. Le **tableau III.5** regroupe l'ensemble des résultats obtenus par microsonde et par microscopie optique.

**Tableaux III.5 : Résultats des analyses microsonde, des observations métallographiques et des calculs du potentiel carbone relatifs aux différents essais réalisés [20].**

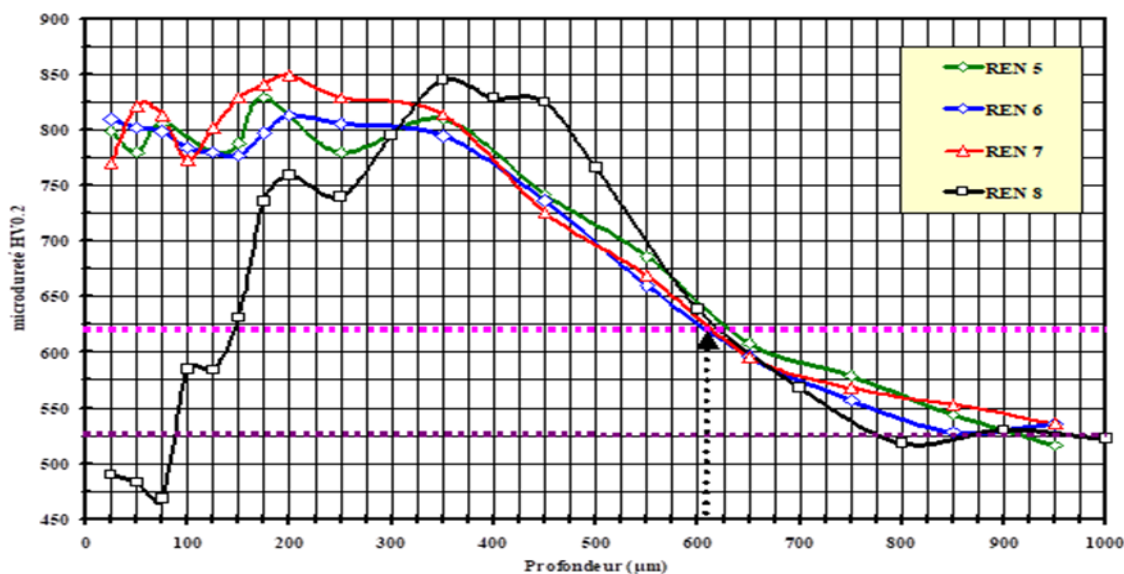
ESSAIS	P <sub>C</sub> %	Concentration superficielle %	MICROSTRUCTURE
REN5	0.65	0.87	Martensite + austénite résiduelle
REN6	0.69		
REN7	0.68		
REN8	0.86	1.2	Martensite + de l'austénite résiduelle + de la cémentite

On constate dans le cas des essais REN5, 6 et 7, qui sont préoxydés et cimentés, le potentiel de carbone est environ égal à 0,68. Ce potentiel est plus faible que celui relatif à l'essai REN8 ( $P_c = 0,86$ ).

On note également une concentration superficielle en carbone de l'essai REN8 plus importante que celle relative aux autres essais (1,2 comparée à 0,87).

#### III.4.4 : Profils de microdureté

La **Figure III.14** présente la courbe variation des profils de microdureté réalisés avec une charge de 200 grammes en fonction de la profondeur de diffusion.



**Figure III.14 : Profils de microdureté relatifs à l'acier 27MC5 Préoxydé à 750°C et cimenté à 900°C [20].**

Les courbes de microdureté font apparaître les faits suivants :

- Les profils de microdureté relatifs aux essais 5, 6 et 7 sont identiques alors que dans le cas de l'échantillon Ren 8, la courbe de variation de microdureté présente une allure complètement différente.
- En effet dans l'intervalle (0 - 350 µm) les courbes de microdureté relatives aux essais 5,6, 7 présente un plateau correspondant à une dureté variant de 800 à 825 Hv.
- La chute de microdureté observée dans l'intervalle (0-300 µm) est due principalement à la quantité d'austénite résiduelle qui est plus élevée dans le cas de l'essai REN8 comparativement aux essais REN5,6 et 7.
- Dans l'intervalle (350 à 550 µm) le profil de microdureté relative à l'essai REN8 est plus important. Les écarts ainsi observés sont dus principalement à la concentration en carbone qui est plus élevée dans le cas de l'essai REN8 ainsi qu'en témoignent les profils de concentration en carbone obtenus par microsonde électronique de casting **Figure III.12**.

- Au-delà de 600 $\mu$ m les profils de concentration sont pratiquement identiques à une erreur de mesure prêt.

Les résultats expérimentaux obtenus précédemment, notamment les profils de microdureté indiquent dans le cas de l'essai REN 8 une quantité d'austénite résiduelle plus importante comparativement aux essais REN5,6et7.

La dureté de cette phase est plus faible d'un facteur quatre par rapport à la martensite. L'allure du profil de microdureté relative à l'essai 8 est due principalement à la présence plus importante de l'austénite résiduelle. Les micrographies optiques relatives à l'essai REN8 indiquent la présence en extrême surface (sur les 25 premiers microns du bord) de la cémentite. Ce résultat confirme celui obtenu par microsonde (concentration en carbone proche de la surface (1.2% en poids)).

#### **III.4.5 : Influence de la couche d'oxyde sur la cinétique de diffusion du carbone**

Le second objectif de notre travail consiste à étudier l'influence d'une couche d'oxyde formée préalablement à la température de 750°C sur la cinétique de diffusion de carbone au cour de la cémentation de l'acier 27MC5 à la température de 900°C.

Quatre essais de cémentation sont réalisés dans des conditions différentes dans le but de mettre en évidence l'influence de la couche d'oxyde sur le potentiel carbone à la surface de l'échantillon cémenté, sur la concentration superficielle en carbone et enfin sur les configurations des couches obtenues après traitements de préoxydation et cémentation.

Le tableau III.6 et la **Figure III.15** ci-dessous indique les mesures de l'épaisseur de la couche d'oxyde relative aux divers traitements de cémentation réalisés.

Tableau III.6 : Epaisseurs moyennes de la couche d'oxyde des divers traitements de cémentation réalisés sur l'acier 27MC5 [20].

	Echantillons traités dans les conditions opératoires			
	Ren 5	Ren 6	Ren 7	Ren 8
Epaisseur de la couche d'oxyde (µm)	5.5	4.2	1.4	1.0
	5.7	2.7	1.5	1.0
	5.4	3.9	1.6	
	5.8	3.5	1.5	
	5.1	4.0	1.7	
	5.3	3.9	1.5	
		5.0		
		3.9		
		3.7		
	Epaisseur moyenne de la couche d'oxyde (µm)	5.4	3.8	1.5

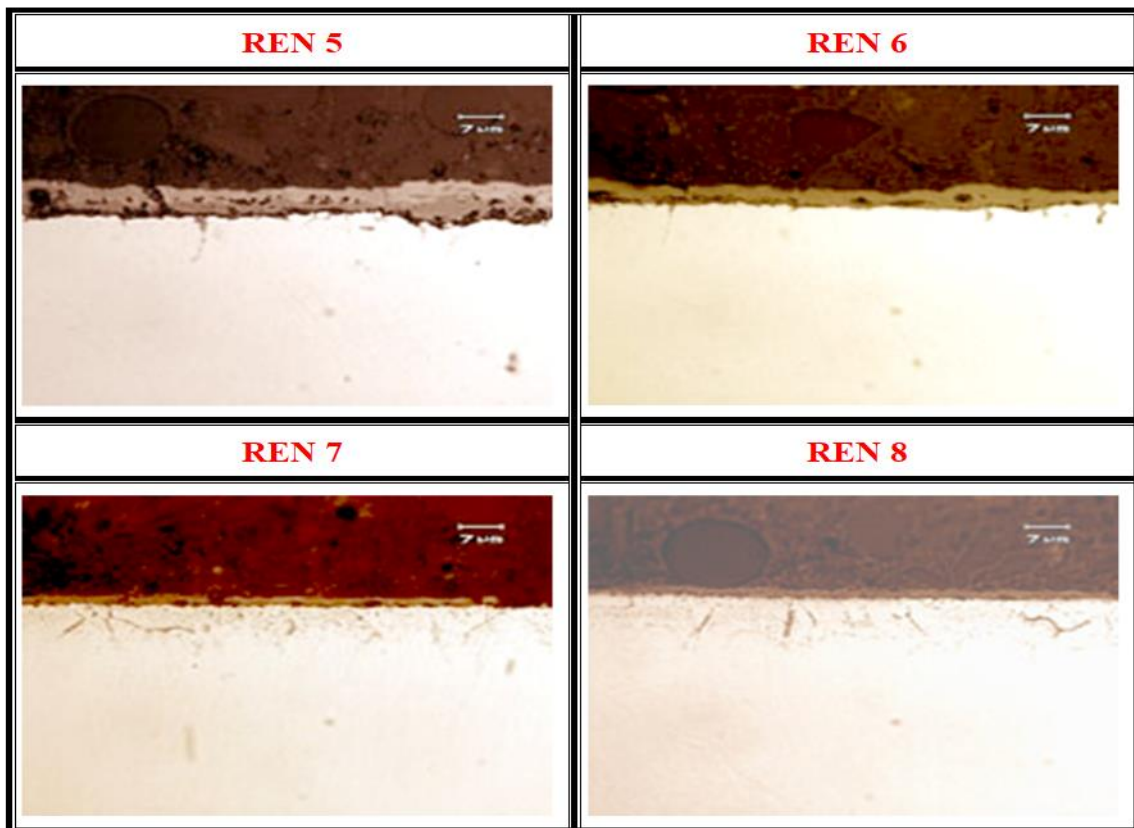


Figure III.15 : Micrographies optiques sans attaque de l'acier 27MC5 préoxydé et Cémenté [20].



On constate dans le cas de l'essai Ren 8 réalisé sans préoxydation et sans apport de d'oxygène pendant le traitement de cémentation, l'épaisseur de la couche d'oxyde est de 1 µm.

En revanche dans le cas de Ren 7 réalisé dans les mêmes conditions que Ren 8 mais avec un apport de 1cc d'oxygène pendant le traitement de cémentation, l'épaisseur de la couche d'oxyde est d'environ 1,5 µm.

Dans le cas des essais Ren 5 et Ren 6 qui sont préoxydés et cémentés dans les mêmes conditions, que REN7, les épaisseurs des couches d'oxyde sont respectivement égales à 5,4 et de 3,8µm.

La **Figure III.15** illustre les micrographies optiques obtenues après traitements de préoxydation et de cémentation de l'acier 27MC5.

Le fait que la couche d'oxyde relative à l'essai Ren 6 est plus faible que celle de Ren5, cela est due au maintien de l'échantillon Ren 6 à 908°C avant traitement de cémentation dans une atmosphère constituée de 50% d'azote et d'hydrogène.

Par conséquent la couche d'oxyde relative à l'essai Ren 6 est réduite par l'hydrogène.

Elle passe de 5.4 à 3.8 (soit une réduction de 1.6 µm).

Néanmoins, nous tenons à signaler au vu des résultats obtenus que la couche d'oxyde formée initialement à la température de 750°C ne fait pas barrière au traitement de cémentation ainsi qu'on témoigne les profils de microdureté et de microsonde.

Le **tableau III.7** ci-dessous regroupe l'ensemble des résultats relatifs aux différents essais réalisés : préoxydation à 750°C- chauffage + maintien 900°C et cémentation à 900°C.

**Tableau III.7 : Résultats caractéristiques obtenus après préoxydation à 750°C – chauffage + maintien 900°C et cémentation à 900°C [20].**

	<b>REN4 Ré- férence</b>	<b>REN5</b>	<b>REN6</b>	<b>REN7</b>	<b>REN8</b>
<b>Epaisseur d'oxyde après préoxydation</b>	<b>2.20</b>	<b>2.40</b>	<b>2.30</b>	<b>Sans</b>	<b>Sans</b>
<b>Epaisseur d'oxyde après Maintien+chauffage</b>	<i>Référence</i>	<b>2.00</b> (N <sub>2</sub> + O <sub>2</sub> )	<b>0.50</b> (50%N <sub>2</sub> +50%H <sub>2</sub> )	<b>0.00</b> (Sous N <sub>2</sub> )	<b>0.00</b> (Sous N <sub>2</sub> )
<b>Epaisseur d'oxyde après cémentation</b>	<i>Référence</i>	<b>1.00</b> (CO+O <sub>2</sub> )	<b>1.00</b> (CO+O <sub>2</sub> )	<b>1.00</b> (CO+O <sub>2</sub> )	<b>0.50</b> (CO)
<b>Epaisseur totale de la couche d'oxyde</b>	<b>2.20</b>	<b>5.40</b>	<b>3.80</b>	<b>1.00</b>	<b>0.50</b>
<b>Potentiel carbone calculée : P<sub>C</sub></b>	-	<b>0.65</b>	<b>0.69</b>	<b>0.68</b>	<b>0.86</b>
<b>Concentration superficielle en carbone analysée (%)</b>	-	<b>0.87</b>	<b>0.87</b>	<b>0.87</b>	<b>1.2</b>
<b>Observations métallographiques</b>	<b>Oxyde Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Magnetite)</b>	<b>Martensite + austénite résiduelle</b>			<b>Martensite +austénite résiduelle</b>

### III.5 : CONCLUSION

L'objectif principal de notre étude consiste à mettre en évidence l'apport de la sonde à oxygène pour la détermination du potentiel carbone.

Pour répondre aux objectifs fixés, nous avons réalisés cinq essais différents

- Un essai de préoxydation à 750° C
- Deux essais de préoxydation et cémentation
- Un essai de cémentation sous une atmosphère (25% N<sub>2</sub> + 25% CO + 50%H<sub>2</sub> + 1cc/min O<sub>2</sub>).
- Un essai de cémentation sous une atmosphère (25%N<sub>2</sub> + 25% CO + 50%H<sub>2</sub>).

Les résultats des mesures, des calculs et de caractérisations obtenues par microsonde électronique de Castaing par microdureté et par microscope optiques conduisent conclusions suivantes :

- 1- Un maintien à 900°C de la couche préalablement formée à 750° C sous une atmosphère (50%N<sub>2</sub> + 50%H<sub>2</sub>) réduit la couche d'oxyde : Cette réduction est due à la présence d'hydrogène (REN 6).
- 2- La présence d'oxygène pendant le traitement de cémentation contribue à la formation d'une couche d'oxyde plus épaisse. (RENS).
- 3- L'absence d'oxygène pendant le traitement de cémentation favorise la cinétique de diffusion du carbone est augmentée la concentration en carbone à la surface de l'acier :
  - Les résultats des calculs montrent dans le cas de l'essai REN 8 (réalisé sous 25%N<sub>2</sub> + 25%CO + 50% H<sub>2</sub>), que le flux de diffusion carbone au début du traitement est plus important 4,50\*10<sup>-6</sup> mg.mm<sup>-2</sup>. S<sup>-1</sup> comparé à 3,50\*10<sup>-6</sup> mg.mm<sup>-2</sup>. S<sup>-1</sup> (cas de l'essai REN 5 réalisé sous 25% N<sub>2</sub> + 25% CO + 25%H<sub>2</sub> + 1 cc/min O<sub>2</sub>).
- 4- Les profils de concentration en carbone sont en parfait accord avec les résultats des calculs des flux de transfert de carbone.
- 5- Dans le cas des essais REN5 et REN6 la couche d'oxyde, initialement formée à 750°C et maintenue à 900°C sous (N<sub>2</sub> + O<sub>2</sub>) n'a pas d'influence significative sur le potentiel carbone (Pc=0,65-0,69).
- 6- Dans le cas de l'essai REN 7 oxydé uniquement pendant la cémentation, les résultats montrent que la présence d'oxygène pendant la cémentation perturbe le processus de diffusion du carbone. Le potentiel carbone calculé et la concentration superficielle en carbone analysée par microsonde sont comparables aux essais REN 5 et REN6.
- 7- Dans le cas de l'essai REN 8 cémenté uniquement sous (25%N<sub>2</sub> + 25%CO + 50%H<sub>2</sub>). Les résultats montrent que : l'épaisseur totale de la couche d'oxyde est environ égale à

0,5  $\mu\text{m}$ ). Cette épaisseur d'oxyde est formée suite à la décomposition de CO pendant le traitement de cémentation.

- 8- Le potentiel de carbone ainsi que la concentration superficielle en carbone analysée sont plus élevés dans le cas de l'essai REN 8 comparativement aux essais REN 5, 6 et REN7.
- 9- Les micrographies relatives à l'essai REN 7 indiquent la présence de deux phases : la martensite et l'austénite résiduelle. En revanche, dans le cas de l'essai REN 8, outre la martensite et l'austénite résiduelle, les micrographies optiques révèlent la présence de la cémentite aux joints de grains témoin d'une concentration en carbone à la surface plus importante.



*CONCLUSION*

*GENERALE*

## CONCLUSION GENERALE

Cette étude a permis de montrer, la nécessité de tenir compte de tous les phénomènes liés au transfert de matière entre la phase gazeuse et la phase solide, afin d'optimiser le cycle de cémentation et de disposer d'un procédé de cémentation performant assurant d'une part, un traitement homogène sur toute la surface de la charge et une cinétique d'enrichissement maximale, et d'autre part, un contrôle rigoureux de la réaction gaz /solide de cémentation afin d'obtenir après traitement les caractéristiques métallurgiques visées.

Les principales conclusions concernant cette étude sont les suivantes :

La cémentation est un traitement thermo-chimique de durcissement superficiel des aciers appliqué généralement sur les aciers à faible teneur en carbone.

La cémentation en phase gazeuse par le monoxyde de carbone ou la cémentation conventionnelle est le procédé le plus utilisé à l'échelle industrielle. Ce traitement :

- **Permet un contrôle de la cémentation** par la régulation du potentiel carbone de l'atmosphère par le biais de la sonde à oxygène.
- **Ne permet pas une cinétique d'enrichissement optimale** : à cause de la présence au cours de la cémentation de l'oxygène issu de la composition du monoxyde de carbone CO.

L'étude des mécanismes a montré, que le transfert du carbone dépend du transport de matière dans la phase gazeuse et de la réaction chimique à l'interface gaz /solide.

Un des principaux objectifs de notre mémoire consiste à montrer qu'il est possible de contrôler par le biais de la sonde à oxygène le potentiel carbone au cours du traitement de cémentation et d'accéder au calcul précis de la concentration superficielle en carbone.

A la suite de plusieurs essais de préoxydation et de cémentation réalisée sur l'acier 27MC5 dans l'intervalle de température (750°C \_ 908°C) nous avons montré que la composition de l'atmosphère gazeuse choisie au cours du traitement a une influence significative sur les configurations de couches obtenues à la surface de l'acier :

1) Oxydes / cémentite / austénite résiduelle / martensite.  
Lorsque  $C_s \approx 1.2\% \text{ C}$ .

2) Austénite résiduelle + Martensite.  
Lorsque  $C_s \approx 0.8\% \text{ C}$ .

L'utilisation de la sonde à oxygène pendant le traitement de cémentation permet le calcul précis et en temps réel du potentiel du carbone et l'ajustement du profil de concentration en carbone à faire d'optimiser la microstructure et éviter la formation de suie de cémentite de l'austénite résiduelle.



*REFERENCES*

*BIBLIOGRAPHIQUES*

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Cémentation gazeuse par le carbone et par l'azote 1182-1, October 1956 ;
- [2] **B. SILINI** et **M. ROUBACHE** ;" Thèse Etude de traitements thermochimiques des aciers", Université Mohamed Boudiaf-M'Sila-, 2018-2019.
- [3] **D. GHIGLIONE**, " **C. Leroux** et **C. Tournier** ;"Cémentation. Carbonituration" Techniques de l'ingénieur M1226 (2010).
- [4] **G. PARRISH, G.S. HARPER**;" Production gas carburizing. Oxford" ; Pergamon Press, (1985).
- [5] **D. GHIGLIONE, C. LEROUX** et **C. TOURNIER** ;" Pratiques des traitements thermochimiques. Aspects théoriques. Classification" ; Techniques de l'ingénieur, M1225.
- [6] **H. BARAN, N. MAHJOR** ;" Cémentation et carbonituration en phase gazeuse des aciers 27MC5 et 27CD4, Ecole des Mines-Parc de Saurupt, NANCY, du 02 mars au 18 juin 2003.
- [7] **M. KOSTELIZ** ; " Atmosphère industrielles" ; Techniques de l'ingénieur M1220.
- [8] **B. TORCHANE** ;" Thèse de master : transfert de carbone en phase austénitique modélisation- simulation et validation expérimentale" ; Université Cheikh EL-Arbi Té-bessi- Tebessa-2013.
- [9] **H. J. GRABKE**;" kinetics of gaz solid interaction"; Surface Layers Structure-Property Relations, Materials Science Forum, Trans. Tech. Publications Switzer land-Germany-UK-USA, vol. 154, P. 96-86, (1994).
- [10] **S. YAHIA** ;" contribution a l'étude de l'influence de l'azote dans les traitements Thermochimiques de surface des aciers en phase austénitique" ; Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine,1995.
- [11] **S. YAHIA**, " « contribution à l'étude de l'influence de l'azote dans les traitements Thermochimiques de surface des aciers en phase austénitique », 1997.
- [12] **J. Barralis** et **G. Mader** ;" Extrait de Précision de Métallurgie", 2003/2004.
- [13] **F. BOUTARFIF** et **N. GUELAI** ;" thèse de master : Comportements mécaniques des aciers faiblement alliés avant et après cémentation" ; Université Cheikh EL-Arbi Té-bessi- Tébessa- 2015/2016.

- [14] **Y. ADDA et J. PHILLIBERT** ;” La diffusion dans les solides, Presses Universitaires de France”, 1966.
- [15] **M. KOSTELIZ** ;” Atmosphère industrielles” ; Techniques de l’ingénieur M1220.
- [16] **D. GHIGLIONE, C. LEROUX et C. TOURNIER** ;” Pratiques des traitements thermochimiques. Aspects théoriques. Classification” ; Techniques de l’ingénieur, M1225.
- [17] **B. PHILIPPE** ;” Thèse Caractérisation et optimisation de la cémentation en phase gazeuse à la pression atmosphérique -Définition d’un niveau procédé- ;” CNAM, le 8 juillet 1997.
- [18] **M. MADSAK et T. HIRON** ;” Cinétique des réactions de surface associées à la carburation par des Atmosphères à base de CO, N<sub>2</sub> ” ; Scripta Metallurgica, vol.16, (1982).
- [19] <https://Koiconnect.com> ;” Le calibrage de la sonde à oxygène- koiconnect”.
- [20] **L. TORCHANE** ;” Mise au point d’un modèle cinétique de croissance de couche nitrures et de carbonitrures de fer lors d’un traitement de nitruration en phase gazeuse au moyen des mélanges NH<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>-Ar et NH<sub>3</sub>-Ar-C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> ” ; Thèse de doctorat INPL, NANCY, (1994).