

On peut être « lourd » et agile !

La métallurgie est considérée comme une industrie « lourde », les traitements thermiques comme de « vieux » procédés, ce qui peut notamment expliquer leur faible attractivité vis-à-vis des étudiants et candidats.

Remercions donc les manifestations comme le congrès A3TS 2011 de Nantes qui a montré toute la vitalité de ces secteurs, que ce soit au niveau des nouveaux matériaux, des traitements thermiques et de surface ou des revêtements.

Ces secteurs ne sont pas seulement « lourds » par leurs investissements mais aussi et peut être surtout par l'impact qu'ils ont sur beaucoup d'autres secteurs d'activité. Le domaine des transports a besoin d'allègement et de performance pour réduire notamment ses émissions, l'énergie de matériaux et revêtements résistants à des températures toujours plus élevées pour une meilleure efficacité énergétique, sans citer l'industrie chimique, le médical, la construction... Que proposent les fournisseurs de matériaux et les acteurs des traitements thermiques et des traitements de surface pour répondre à ces enjeux ? Des solutions de plus en plus complètes intégrant à la

fois l'optimisation du matériau de base, de ses traitements dans la masse, de ses opérations d'usinage, de mise en forme et d'assemblage ainsi que de ses différents traitements de surface. On voit par exemple se multiplier les traitements duplex, comme les traitements thermo-chimiques réalisés avant dépôt ou pré-traitements mécaniques avant traitements thermiques/thermo-chimiques. On obtient alors un véritable gradient de propriétés, chaque partie du matériau (cœur/interface/surface) remplissant au mieux une fonction donnée.

Ces solutions globales impliquent des collaborations de plus en plus poussées tout au long

Ces solutions globales impliquent des collaborations de plus en plus poussées

de la chaîne de valeur, du producteur du matériau au client utilisateur final. Les performances requises ne peuvent être atteintes qu'avec des compromis plus

globaux, arbitrés par l'efficacité coût-performance finale et avec des contraintes de temps toujours plus fortes, d'où la nécessité d'être agile.

L'importance des enjeux, la richesse des compétences et de leur partage, les formidables opportunités des technologies démontrent bien l'attractivité de nos métiers de plus en plus agiles bien que « lourds » !



Tony Prézeau
Directeur Recherche
et Innovation, Winoa

Amélioration par un **prétraitement mécanique** de NanoPeening® des performances des traitements thermo-chimiques

Tony Prézeau et Teddy Muler, Winoa, Emmanuel Dransart (EMTT), Yves Giraud (ECM Technologies)

La technique de nanostructuration de surface par projection de media développée par la société Winoa permet d'obtenir rapidement des épaisseurs importantes de grains nanométriques, de manière reproductible et maîtrisée. Résultats à l'appui.

Des études scientifiques ont montré qu'une déformation plastique importante d'une surface métallique créait une couche superficielle contenant des grains de taille nanométrique, avec des propriétés remarquables sur les plans mécaniques et chimiques :

- augmentation de la contrainte de compression et de la dureté,
- amélioration de la résistance à la corrosion, des coefficients de diffusion, et des propriétés tribologiques entre autres.

Cet article a pour but de montrer les résultats d'une nanostructuration de surface par le procédé de NanoPeening® et de quantifier le rôle de ce prétraitement sur des surfaces subissant une nitruration ou une carbonituration basse pression. Ces deux

traitements thermo-chimiques ont été choisis, car ils utilisent des cycles thermiques pouvant altérer les propriétés du prétraitement de NanoPeening® par effet de restauration et/ou recristallisation :

- la nitruration représente les traitements thermo-chimiques « basse température » (palier de diffusion < 593 °C) ;
- la carbonituration basse pression représente les traitements thermo-chimiques « haute température » sans présence de barrière de diffusion que sont les oxydes (palier de diffusion ≥ 800 °C).

Le procédé de NanoPeening®

Plusieurs techniques de déformation plastique sévère sont utilisées à l'échelle du laboratoire pour créer et étudier les effets d'une nanostructuration de surface des métaux ^{[1],[2]}. Ces techniques présentent

l'inconvénient d'être difficilement transposables industriellement, notamment pour des applications de grande série, soit par leur limitation en termes de productivité, soit en termes de géométrie des pièces traitables.

La société Winoa a développé une technique particulière de nanostructuration de surface par projection de media permettant, par une sélection très pointue des paramètres de réalisation, d'obtenir rapidement des épaisseurs importantes de grains nanométriques, de manière reproductible et maîtrisée.

Il est ainsi possible suivant la nuance traitée, son état de réception, la ou les propriétés visées (durcissement, diffusivité chimique, fatigue...) de choisir les meilleures conditions de réalisation.

En effet, des conditions classiques de grenailage conduisent généralement, après une amélioration initiale de quelques propriétés, à une perte de performances, notamment en raison d'un état de surface dégradé (apparition de fissures, rugosité trop importante).

	Grenailage de précontrainte (Shot peening)	Attrition mécanique de surface	NanoPeening®
Effet principal recherché	Contraintes résiduelles	Nanostructuration de surface	
Propriétés améliorées	Tenue de fatigue. Disparition de l'effet en cas d'utilisation en température	Mécaniques (dureté, résistance à l'abrasion, fatigue ^[3]). Chimiques (résistance à la corrosion, diffusivité ^{[4],[5]}). Stabilité de la nanostructure à hautes T (typiquement > 600-700 °C)	
Épaisseur typique nanostructurée	-	Quelques dizaines de μm	Jusqu'à 200 μm
Temps de traitement	Quelques secondes	Quelques dizaines de minutes	Quelques minutes
Mode de traitement classique	Projection de billes < 1 mm	Grosses billes (> 2 mm) mises en vibration	Projection de billes < 1 mm
Géométrie des pièces	Peu de limitations	Limitée	Peu de limitations

TABEAU 1 : Comparatif SP/NP/SMAT.

Il est donc nécessaire de choisir les paramètres permettant l'obtention d'une couche suffisante de nano-grains tout en maintenant l'intégrité de la surface.

Afin de mettre en évidence le phénomène de nanostructuration de surface apporté par le traitement de NanoPeening® et les propriétés qui en découlent, plusieurs caractérisations métallurgiques ont été effectuées. Nous présentons ici les résultats obtenus sur trois nuances d'aciers :

- X2CrNi18.09 (AISI 304 L) : état hypotrempe
- 32CrMoV13 : état prétraité
- X37CrMoV5-1 : traité massivement pour HRC= 40 - 43

Les caractérisations métallurgiques sont les suivantes : structure par microscopie optique sur coupe et filiation de dureté Vickers.

Les résultats

Caractérisation de la nuance austénitique 304 L : les résultats en matière de microstructure après traitement de NanoPeening® et les niveaux de dureté atteints sont illustrés dans les figures 1 et 2.

La nuance austénitique AISI 304 L montre une formation très rapide (< 5 min) d'une épaisseur nanostructurée. Les effets combinés de l'écroutissage et de l'apparition de cette microstructure très fine permettent d'obtenir un gain en terme de dureté de plus de 150 % par rapport à la dureté initiale du substrat.

Caractérisation de la nuance 32CrMoV13 : les résultats en matière de microstructure après le traitement de NanoPeening® et le profil de dureté atteints sont illustrés dans les figures 3 et 4.

La zone affectée par le traitement de NanoPeening® est de l'ordre de 150 µm avec un gain de dureté en surface légèrement supérieur à 150 HV ce qui correspond à une augmentation de 47 % par rapport à la référence et un profil de dureté très progressif. Caractérisation de la nuance X37CrMoV5-1 : les résultats en matière de microstructure après le traitement de NanoPeening® et le profil de dureté atteints sont illustrés dans les figures 5 et 6.

La zone affectée par le traitement de NanoPeening® est de l'ordre de 80 µm avec un gain de dureté en surface s'élevant à +40 % par rapport à la référence et à nouveau un profil très progressif.

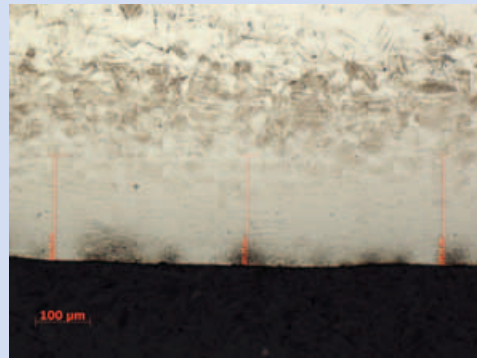


FIGURE 1 : Surface nanostructurée après NanoPeening.

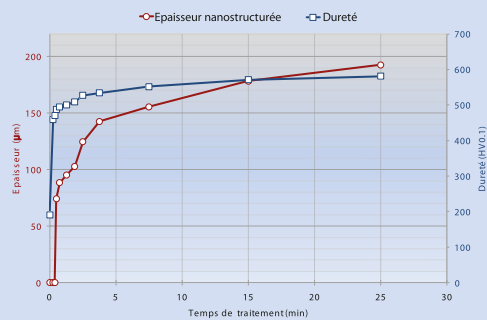


FIGURE 2 : Évolution de l'épaisseur de la couche nanostructurée et de la dureté superficielle en fonction du temps.



FIGURE 3 : Surface nanostructurée après NanoPeening®.

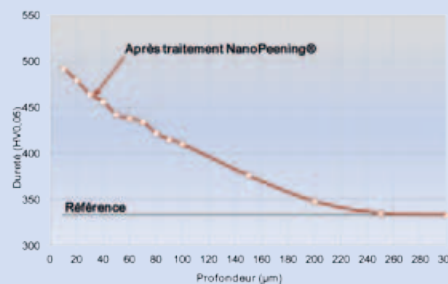


FIGURE 4 : Profil de dureté après NanoPeening.

Effet du traitement sur des couches nitrurées

Notre étude a porté sur trois nuances de métal avec divers process de nitruration :

- X2CrNi18.09 (AISI 304 L) : nitruration ionique 100 heures - température d'essai : 350 °C et 400 °C.
- 32CrMoV13 : état prétraité - nitruration gazeuse 520 °C 50 heures.
- X37CrMoV5-1 : traité massivement pour HRC= 40 - 43 - nitruration gazeuse à 520 °C pour viser une profondeur de 0,2 mm.

Pour chaque essai, trois échantillons ont été employés pour permettre une caractérisation métallurgique comparative :

- échantillon sans NanoPeening®
- échantillon avec prétraitement de NanoPeening®
- échantillon avec prétraitement de NanoPeening® + nitruration.

Les caractérisations ont porté sur :

- l'analyse SDL des profils azote et carbone ;
- la structure par microscopie optique et au MEB sur coupe ;
- la filiation de dureté Vickers ;
- le profil des contraintes de compression.

Les résultats

Caractérisation de la nuance austénitique 304 L : les résultats figurent dans le **tableau 2**. On retiendra les résultats suivants, en faveur du prétraitement NanoPeening® :

- à 350 °C, la profondeur est deux fois plus importante avec le prétraité NanoPeening® ;
- à 400 °C, la profondeur peut être 30 % plus importante avec le traitement NanoPeening® ;
- le profil de diffusion d'azote est plus continu avec un pic de carbone au front de diffusion très atténué ;
- un gain de dureté en surface estimé à 15 %.



FIGURE 5 : Surface nanostructurée après NanoPeening®.

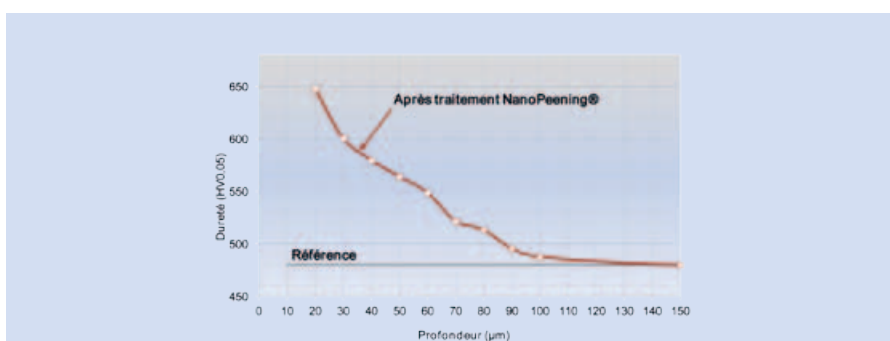


FIGURE 6 : Profil de dureté après NanoPeening®.

	Sans NanoPeening®				Avec NanoPeening®			
	Profondeur µm	Dureté superficielle HV0.025	Structure	SDL N %	Profondeur µm	Dureté HV0.025	Structure	SDL N2 %
350 °C	4 à 5	695	γ à l'azote	Surface : 11 % 3 µm : 3,8 % 6 µm : ≤ 0,04 %	10	1 030	Martensite + γ à l'azote	Surface : 9 % 10 µm : ≤ 0,24 20 µm : ≤ 0,04
400 °C	8 à 10	1150	γ à l'azote	Surface : 12 % 3 µm : 7 % 14 µm : 1 %	10 à 15	1 300	Martensite + γ à l'azote	Surface : 12 % 3 µm : 6 % 14 µm : 1,5 %

TABLEAU 2 : Résultats de la caractérisation de la nuance austénitique 304 L.

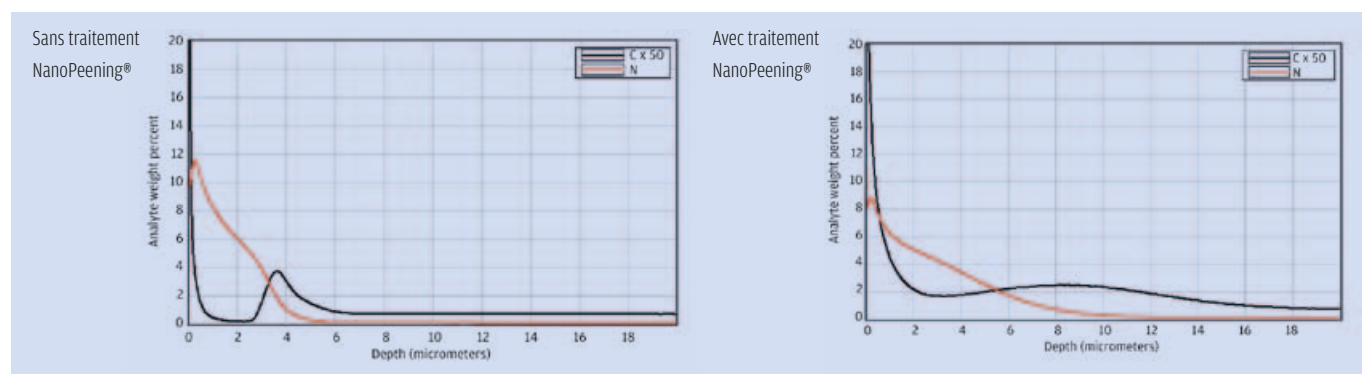
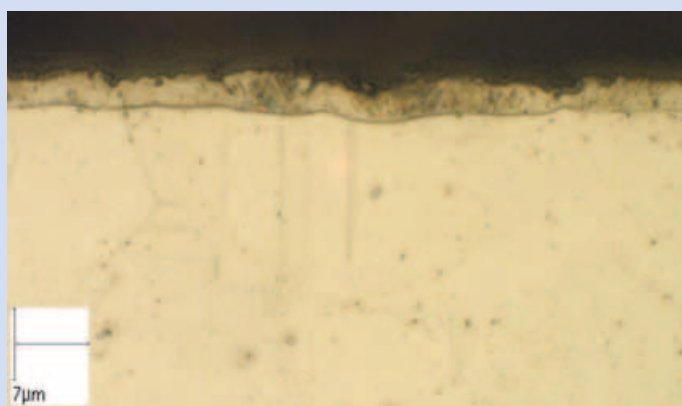


FIGURE 7 : Profil de diffusion d'azote et carbone à 350 °C pendant 100 heures.

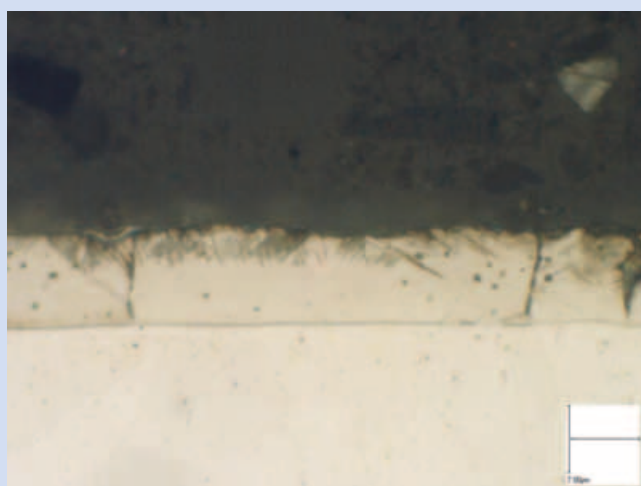


Sans traitement NanoPeening®

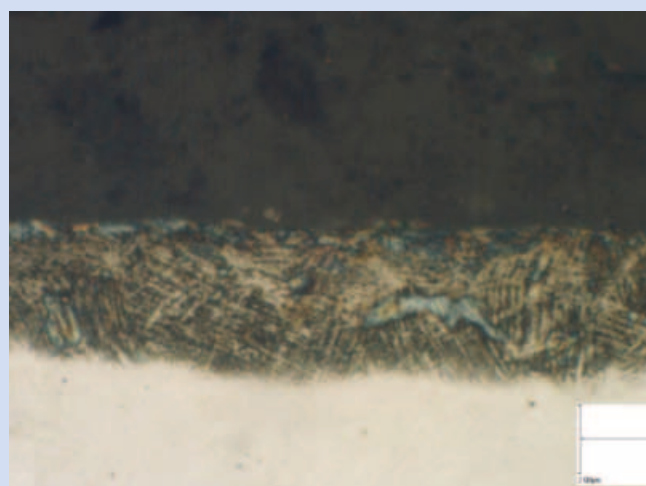


Avec traitement NanoPeening®

FIGURE 8 : Microstructure développée à 350 °C pendant 100 heures.



Sans NanoPeening®



Avec NanoPeening®

FIGURE 9 : Microstructure développée à 400 °C pendant 100 heures.

	Sans NanoPeening®	Avec NanoPeening®
Couche de combinaison	1 à 2 μm	1 à 3 μm
Structure de la couche de diffusion	Nombreux réseaux de carbonitrides	Absence de réseau de carbonitrides
Dureté de la surface	930 HV100	1 020 HV100 - Gain de 10 %
Profondeur	260 μm	260 μm
SDL	Surface = 14 % 5 μm = 9 % 15 μm = 2,5 % 50 μm = 1,5 %	Surface = 18 % 50 μm = 1,9 %

TABLEAU 3 : Résultats de la caractérisation de la nuance 32CrMoV13 à 520 °C.

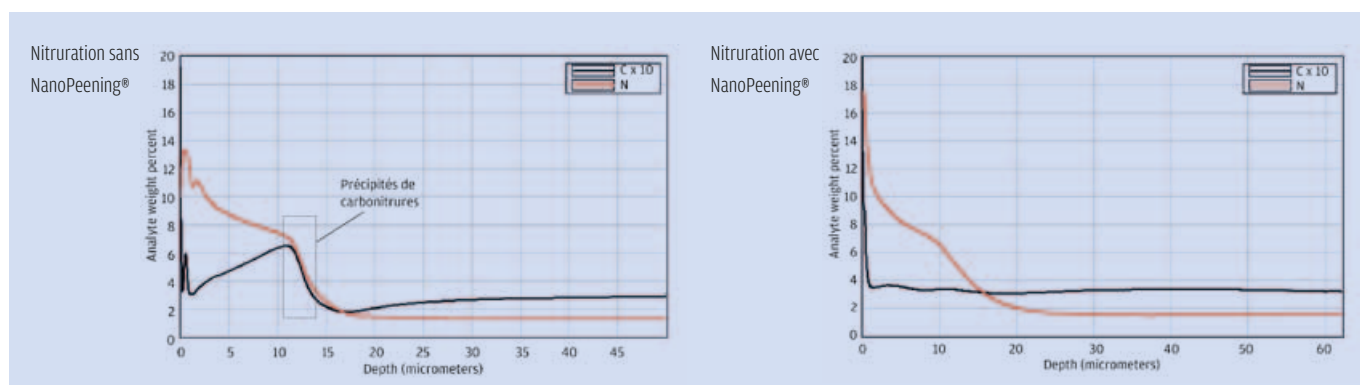


FIGURE 10 : Profil de diffusion d'azote et de carbone à 50 °C pendant 50 heures.

Caractérisation de la nuance 32CrMoV13 à 520°C : les résultats figurent dans le **tableau 3**. Malgré un écrouissage important sur une structure de martensite revenue, on conserve avec le prétraitement NanoPeening®, une profondeur au moins égale à celle d'une nituration conventionnelle.

Résultat : le prétraitement NanoPeening® supprime les précipités en réseau de carbonitrures (à l'échelle du micron), ce qui peut avoir comme conséquence, une meilleure ténacité de la couche de diffusion. Les contraintes de compression sont présentes à des profondeurs plus importantes (près de 200 microns de plus). Des essais de type grenailage final de précontrainte peuvent être optimisés pour augmenter de façon significative les contraintes de compression en surface après traitement NanoPeening® / nituration.

Caractérisation de la nuance X37CrMoV5-1 : le traitement de nituration à 520 °C permet de conserver le même niveau de profondeur de diffusion de l'azote. La présence d'une nanostructure en surface limite aussi fortement les effets de précipitation des réseaux de carbonitrures sous la couche de combinaison.

Effet du traitement sur des couches carbonitrurées

L'objet de cette étude sur un acier de cémentation alliée 23MnCrMo5 utilisé dans l'industrie, a été de rechercher les paramètres d'optimisation du prétraitement NanoPeening® en prenant en compte la recristallisation pendant la montée à la température de palier [6], et de vérifier si les caractéristiques métallurgiques ainsi obtenues sont supérieures à celles mesurées sur une carbonituration classique.

Nous rappelons que lors de la montée en température de palier, la surface avec un

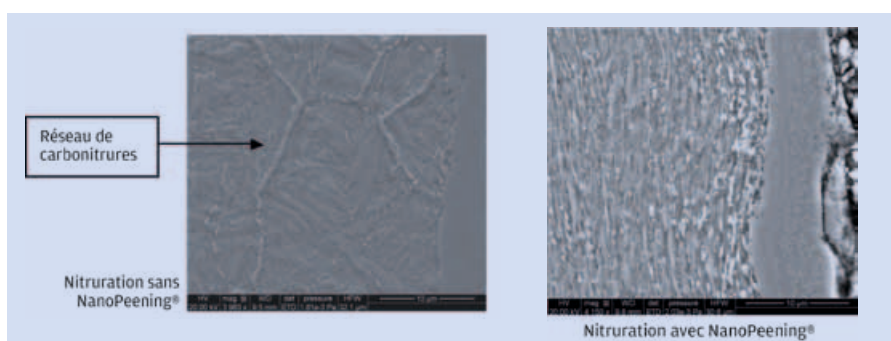


FIGURE 11 : Interface au MEB Couche de combinaison/diffusion.

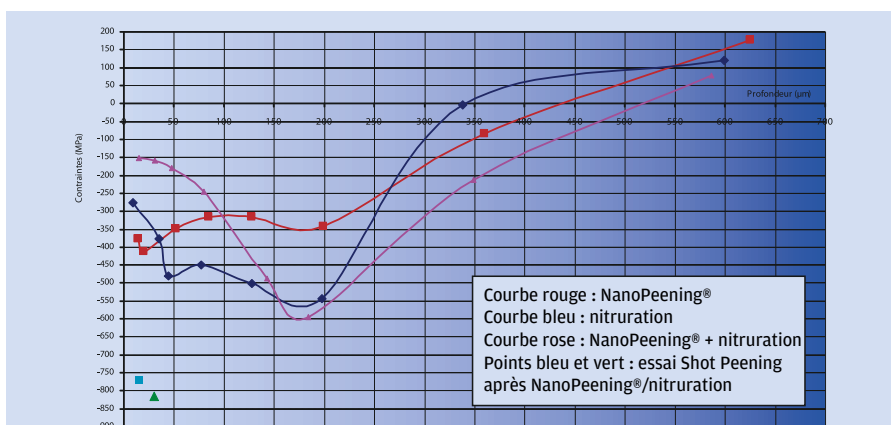


FIGURE 12 : Profils comparés des contraintes de compression acier 32CrMoV13.

prétraitement de NanoPeening® subit trois stades de modification structurale[7] : la restauration, la polygonisation et la recristallisation. Selon le taux d'écrouissage, la température du palier de diffusion et le temps de montée à cette température, il est possible d'obtenir des grains très fins en surface et donc, d'augmenter le nombre de joints de grains en surface par rapport à une surface non traitée préalablement par NanoPeening®, joints de grains qui sont des « autoroutes » de la diffusion.

Nous avons choisi la carbonituration basse pression pour ne pas être gêné par le vecteur CO, qui provoque de l'oxydation interne. Le traitement de carbonituration, réalisé dans des installations ECM, a consisté en :

- une montée en température de palier : 1 h 30 ;
- un palier de diffusion : 880°C 1 h 30 ;
- une trempe sous gaz neutre, sous pression à 15 bar.

Et cela pour viser une profondeur durcie $CHD_{650} = 0,4$ à $0,6$ mm.

Les résultats

Optimisation des paramètres du traitement de NanoPeening® : les essais de simulation de montée en température ont été réalisés au laboratoire d'EMTT. Après plusieurs essais, une condition optimale pour la recristallisation a été identifiée, les résultats en matière d'état de surface et de structure de recristallisation sont présentés dans les figures 13 et 14. Les résultats (profils de dureté et profondeur CHD) comparés sans et avec prétraitement de NanoPeening® figurent dans le figure 15. Par rapport à l'échantillon sans prétraitement NanoPeening®, nous constatons une plus forte dureté vers la surface (gain + 4 %) et une plus forte profondeur durcie (gain + 31,7 %).

Le réseau de carbonitrides disparaît avec le prétraitement NanoPeening®, au profit de petits globules finement dispersés.

Le profil carbone et azote ont été obtenus par la technique WDS. Ils sont illustrés dans le tableau 4 et la figure 18.

Le traitement de NanoPeening® (condition dite de « droite ») n'a pas d'influence significative sur le profil carbone, mais elle améliore le profil azote sur 0,2 mm de profondeur à partir de la surface, ce qui explique l'augmentation de dureté superficielle en faveur du produit traité NanoPeening®.

Conclusion

Le traitement de NanoPeening® est un procédé mécanique innovant permettant l'obtention rapide d'une couche nanostructurée sur différents types de métaux. Réalisé avant un traitement thermochimique, il apporte :

- pour les process basse température ($T^{\circ}C < 590^{\circ}C$), une homogénéité structurale rendant la structure superficielle plus tenace et une dureté de surface un peu plus élevée, car elle allie dureté obtenue par écrouissage, par affinement du grain et par le traitement thermochimique lui même, ce qui se traduit aussi par des contraintes de compression améliorées au niveau du pic de compression ;
- pour les process haute température ($T^{\circ}C \geq 800^{\circ}C$), il faut ajuster les paramètres du procédé « NanoPeening® », afin de favoriser la présence de grains fins recristallisés en surface. Après cette optimisation, l'association du traitement de NanoPeening® et du traitement thermochimique garantit :
 - une diffusion accélérée permettant de réduire des temps de cycle ;
 - des duretés vers la surface supérieures,
 - un profil azote dans le cas de la carbonituration situé dans la partie supérieure

G = 6,7

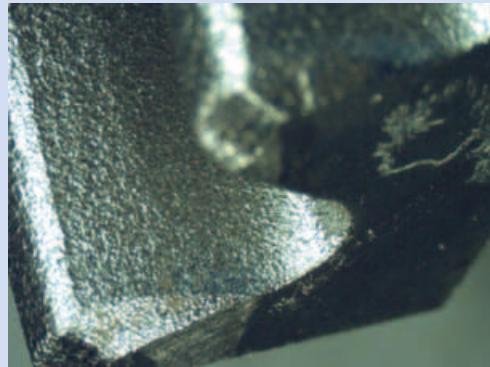


FIGURE 13 : État de surface obtenu après NanoPeening®.

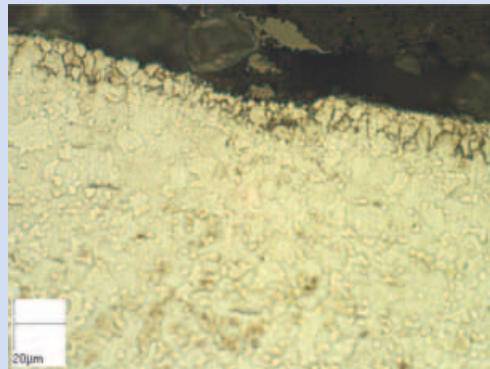


FIGURE 14 : Structure de recristallisation de la couche prétraitée NanoPeening® avec une montée en température de 1 h 30, pour atteindre 880 °C.

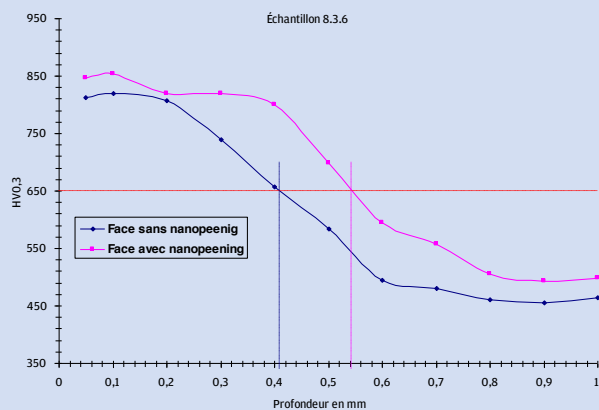


FIGURE 15 : Résultats comparés des profils de dureté et profondeur CHD.

- de la bande préconisée par le cahier des charges de l'automobile ;
- une profondeur de traitement fortement accrue par rapport au même traitement réalisé sans prétraitement « NanoPeening® » ;
- une structure dans la zone de diffusion très homogène.

Pour aller plus loin, il est envisagé de tester le prétraitement de NanoPeening® avant d'autres types de traitements notamment avant :

- Cémentation basse pression.
- Carburation + trempe sous vide aux températures de diffusion de 980 °C.
- Boruration et chromisation.

Bibliographie

- [1] K. Lu, J. Lu, J. Mater. Sci. Technol., 15 (1999) 193.
- [2] M. Umemoto, Materials Transactions, 44 (2003) 1900.
- [3] T. Roland, D. Reiraint, K. Lu, J. Lu, Scripta Mat., 54 (2006) 1949.
- [4] T. Wang, J. Yu, B. Dong, Surface & Coatings Technology, 200 (2006) 4777.
- [5] J.F. Gu, D.H. Bei, J.S. Pan, J. Lu, K. Lu, Materials Letters, 55 (2002) 340.
- [6] Le laminage à froid et le recuit, chap. 60, Le livre de l'acier, Editions Scientifiques 1994.
- [7] Anomalies de carbonitruration, MM. Deleon et Baron, revue Traitement Thermique n° 157.

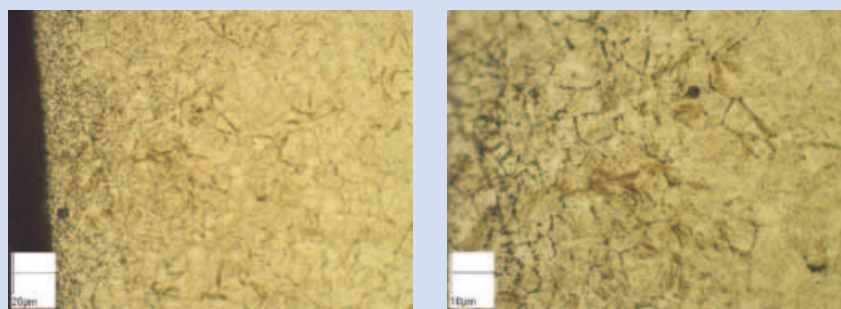


FIGURE 16 : Structure en microscopie optique face sans NanoPeening®.

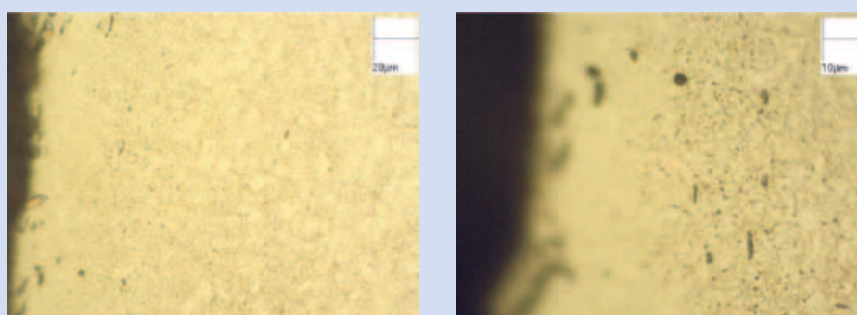


FIGURE 17 : Structure en microscopie optique face avec NanoPeening®.

Pourcentages massiques

µm	droite		gauche	
	C	N	C	N
0	0,81	0,10	0,60	0,14
20	0,62	0,21	0,59	0,16
40	0,60	0,27	0,59	0,23
60	0,60	0,21	0,60	0,13
80	0,58	0,18	0,60	0,17
100	0,58	0,16	0,60	0,12
150	0,57	0,14	0,59	0,10
200	0,56	0,11	0,56	0,09
250	0,53	0,08	0,54	0,08
300	0,49	0,05	0,50	0,05
350	0,48	0,03	0,47	0,03
400	0,44	0,01	0,43	0,01
450	0,40	0,02	0,40	0,01
500	0,36	0,02	0,35	0,01
550	0,34	0,00	0,33	0,00
600	0,32	0,00	0,31	0,00
650	0,31	0,00	0,30	0,00
700	0,29	0,01	0,28	0,00
750	0,27	0,00	0,27	0,01
800	0,30	0,00	0,27	0,01
850	0,27	0,00	0,28	0,01
900	0,28	0,00	0,27	0,00
950	0,24	0,01	0,28	0,01
1000	0,27	0,00	0,27	0,00

TABLEAU 4 : Profils carbone et azote obtenus par la technique WDS.

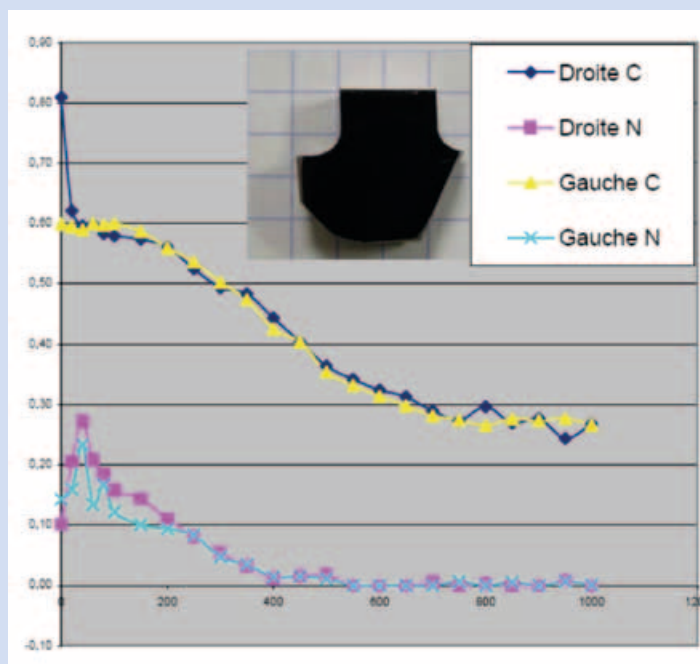


FIGURE 18 : État de surface obtenu après NanoPeening®.