

ETUDE DE L'EFFET DU VIEILLISSEMENT ET DE LA NITRURATION SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DE L'ACIER MICROALLIE AU NIOBIUM ET VANADIUM.

M.Z.TOUHAMI,*
A. KHETTACHE,*
N. BENSOUILAH***
A. DARSOUNI,**
B. BOUZABATA**

Résumé

Le but de ce travail est de montrer l'influence du vieillissement et de la nitruration sur le comportement mécanique et structural d'un acier microallié au niobium-vanadium obtenu par laminage à chaud. Le durcissement structural des échantillons vieillis est obtenu dans l'intervalle de température 500-600°C avec une amélioration de la limite d'élasticité et de la température de transition ductile-fragile par rapport à l'état brut de laminage à chaud. Les observations en M.E.T sur lames minces, ont permis de mettre en évidence les phases durcissantes. Les échantillons trempés à 1250°C, revenus à 600°C ont été nitrurés à la température de 590°C à des temps de maintien allant de 30 mn à 3 heures. La nitruration liquide a donné des couches nitrurées formées principalement de la phase (ϵ) et de diffusion. La cinétique de croissance de ces couches aux conditions isothermes croit avec le temps de nitruration. L'épaisseur des couches correspondant à la dureté maximale a été observée par microscopie électronique à balayage. La répartition des éléments à dispersoïdes dans les couches superficielles a été étudiée par (E.D.A.X.). Les résultats de la diffraction rasante des rayons X ont mis en évidence

la nature des phases formants la couche superficielle $Fe_{2-3}N(\epsilon)$ et de diffusion avec la présence de précipités fins de nitrides et de carbures.

Abstract

The aim of this work is to show the influence of the aging and the nitriding on mechanical and structural behaviour of microalloyed steel obtained by hot-rolling. The structural hardening of the samples aged is obtained in the range temperature from 500°C to 600°C with an improvement of strength properties and of the transition temperature, with respect to the coarse rolling condition. T.E.M observation made on thin foils have been used to characterize the hardening phases. The samples quenched at 1250°C and tempered at 600°C have been nitrided at 590°C and kept at different time from 30mn to 3h. The nitriding in the salt bath gave us the nitrided layers formed principally of (ϵ) phase and diffusion zone. The growth kinetic of these layers at isothermal conditions increase with the nitriding time. The layers thickness corresponding to the maximal hardness has been observed by scanning electron microscopy. The distribution of the elements in surfaces layer has been studied by E.D.A.X. The carbides and nitrides phases have been investigated by X- ray diffraction.

Key words . High-strength low- alloy steels, Precipitation, Nitrided layers, Properties, Structures.

1.INTRODUCTION.

Les aciers microalliés au niobium, vanadium obtenus par laminage à chaud peuvent être durcis par des traitements ultérieurs [1,2,3]. Les effets thermomécaniques, à savoir la précipitation non complète des éléments susceptibles de former des particules précipitées et dispersées, le non achèvement de la recristallisation font que l'énergie du réseau cristallin se trouve perturbée. Ces facteurs favorisent une certaine aptitude au vieillissement ultérieur [4]. Des études ont montré qu'il est possible de modifier par des traitements de diffusion la composition des phases formées principalement de microadditions à la surface des couches de combinaison et de diffusion [5].

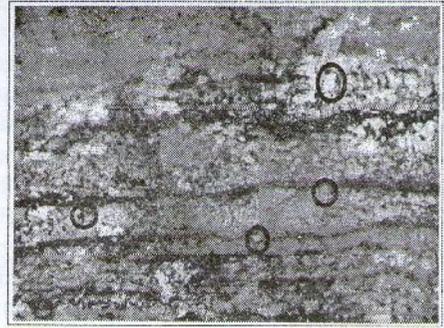
Il est connu que la nitruration appliquée sur les aciers moyennement et fortement alliés offre des propriétés de surface élevées à savoir la dureté, résistance à l'usure, résistance au grippage, limite de fatigue en introduisant des contraintes de compression et une résistance à la corrosion en modifiant la composition chimique de la surface [6]. Dans ce travail nous étudions les possibilités de durcir par vieillissement et par nitruration liquide les aciers contenant des microadditions de niobium et de vanadium et les paramètres qui pourraient provoquer un durcissement structural. Les méthodes d'investigation que nous avons utilisées à savoir les essais mécaniques, de la microscopie électronique à balayage et en transmission, et la diffraction des rayons X, nous ont permis d'expliquer les mécanismes de durcissement structural des aciers microalliés traités par précipitation et par nitruration.

2.Discussion des résultats expérimentaux.

2.1. Caractérisation microstructurale.

L'acier de nuance NV10 microallié au Nb (0.10%),(0.06%), Al (0.093%), Ti (0.058%) et C (0.10%) obtenu par laminage à chaud est caractérisé par une structure en bandes (fig. 1.) . Elle se manifeste

par une répartition alternée de zones ferritiques et perlitiques, disposées parallèlement à la direction de déformation du métal. Elle met en évidence la présence d'inclusions d'oxydes ou de carbonitrides de titane Ti (CN) non déformables. La diffraction des rayons x montre la présence de la ferrite et la phase durcissante de type V_8C_7 (fig.2.).



○ Inclusions de Titane

Fig. 1. Micrographie de l'état brut de laminage à chaud. Ferrite et perlite (x 100)

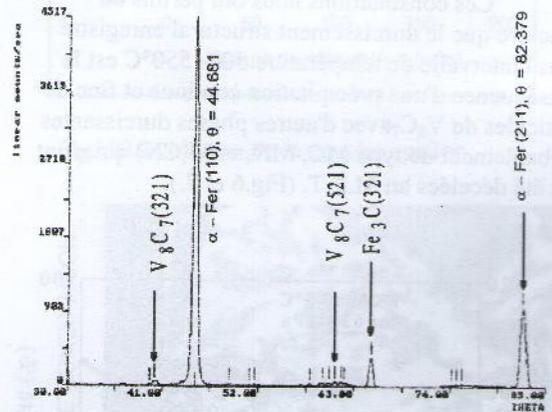


Fig.2. Spectre de diffraction des rayons X Anticathode (Cu $K\alpha$)

3.L'effet de vieillissement sur la microstructure et les propriétés mécaniques.

Le vieillissement de ces aciers microalliés nous a permis de constater que la consolidation maximale a été obtenue après vieillissement à 550°C pendant 45 mn (fig.3.).

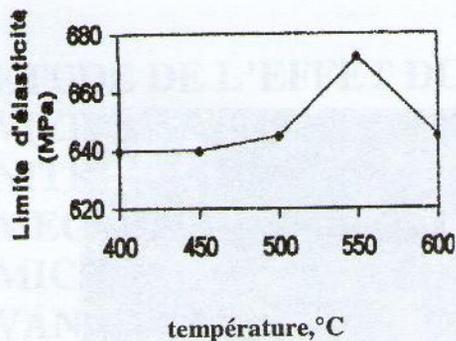


Fig.3. L'effet du vieillissement sur la limite d'élasticité

Acier vieilli à 550°C/45min.

Ce traitement a permis d'améliorer la limite d'élasticité et d'abaisser la température de transition ductile - fragile (fig.4 et 5).

Des observations par M.E.T. sur lames minces ont permis de montrer la présence de la ferrite et des carbures de vanadium de type V_8C_7 qui sont arrangées et disposées en lignes plus ou moins parallèles (fig.6.).

Ces constatations nous ont permis de conclure que le durcissement structural enregistré dans l'intervalle de température 500- 550°C est la conséquence d'une précipitation continue et fine de particules de V_8C_7 avec d'autres phases durcissantes probablement de type MC, MN, et M(CN) qui n'ont pas été décelées au M.E.T. (Fig.6 et 7.).

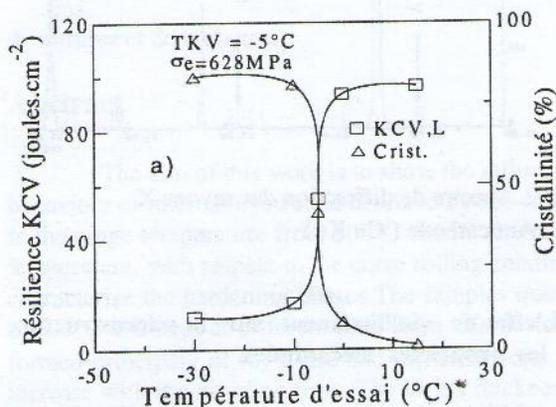


Fig.4. Variation de la résilience et de la température de transition ductile- fragile. Etat brut de laminage à chaud.[7].

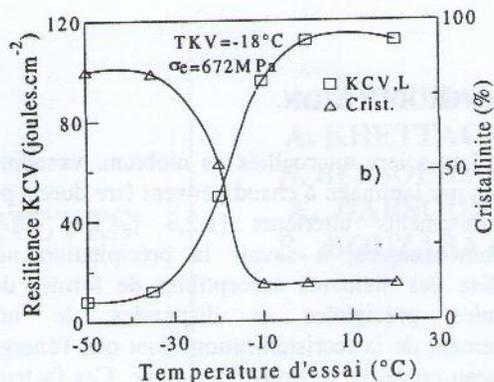
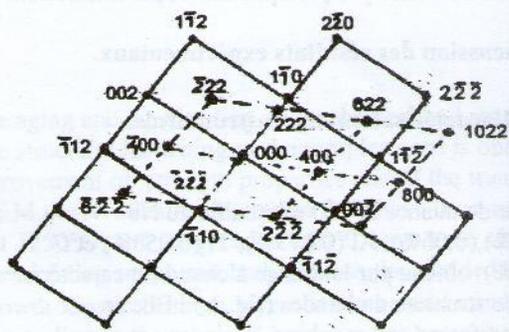


Fig.5. L'effet du vieillissement (550°C / 45min) sur la résilience et la température de transition.[7].



Fig.6.M.E.T. Acier vieilli à 550°C/ 45 mn Présence de la ferrite et de particules V_8C_7 Champ clair. (X 37000)



----- Précipité V_8C_7 Axe de zone $[011]$
 ———— Matrice ferrite Axe de zone $[110]$

Fig.7. Diagramme de diffraction, Acier vieilli à 550°C/45mn -

Ce durcissement est obtenu par l'interaction des dislocations avec les précipités. L'étude de l'évolution de la résilience et de la cristallinité en

fonction de la température d'essai de l'acier montre que le vieillissement résultant d'un post- traitement à 550°C/ 45 mn a fait baisser la température de transition (à 50% de cristallinité) de - 5 à - 18°C. L'abaissement de TKv peut être due à une redistribution homogène du niveau des contraintes dans la matrice ferritique héritée du laminage à chaud, ainsi qu'à l'apparition de la sous-structure mise en évidence par microscopie électronique (fig. 8). En effet cette sous-structure constitue un obstacle pour les dislocations et la taille des cellules influe considérablement sur les propriétés mécaniques de la même manière que la taille des grains.



Fig.8. M.E.T. Acier vieilli à 550°C / 45 mn
Formation d'une sous- structure à l'intérieur d'un grain (x 37000).

4. Nitruration des aciers microalliés.

Suite à une trempé après austénitisation à 1250°C et un revenu à 600°C, ces aciers présentent une valeur de dureté supérieure à 200 HV. Des travaux ont montré que la nitruration peut être réalisée directement sur les aciers à dispersoïdes à structure ferrito-perlitique. Celles-ci peuvent supporter des maintiens à des températures inférieures à 600°C sans diminution notable de leurs caractéristiques par suite de la présence des fins précipités de nitrides [8].

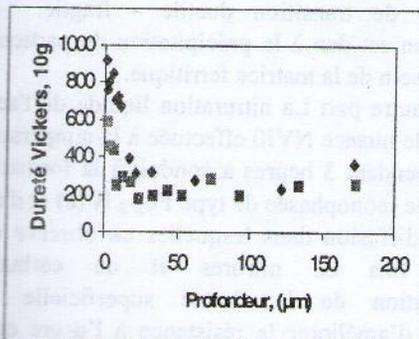


Fig.9. Profil de dureté Vickers de l'acier NV10 nitruré à 590°C. ♦ 3 h ■ 1 h

La nitruration en bains de sels de mélanges de cyanures et cyanates est effectuée à une température inférieure à la température de revenu de 10°C et légèrement inférieure à la température de transformation eutectoïde qui est de 592°C du binaire Fer-Azote [9]. Le profil de dureté Vickers des échantillons revenus et nitrurés est représenté par la figure 9. La variation de la dureté Vickers en fonction de la profondeur est expliquée par la variation de la concentration d'azote qui demeure importante à la surface puis diminue avec la distance [10]. Le temps de la nitruration influe sur l'épaisseur des couches nitrurées. La cinétique de croissance de ces couches aux conditions isothermes croît avec le temps de nitruration (fig.10.)

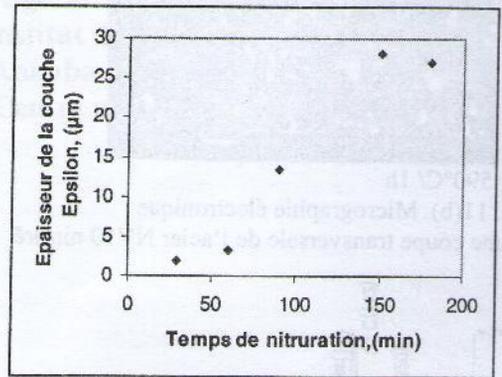


Fig. 10 Evolution de la couche epsilon

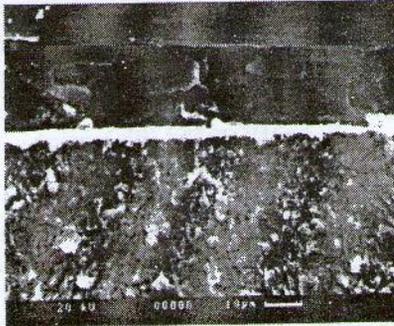


a) 590°C/ 3h

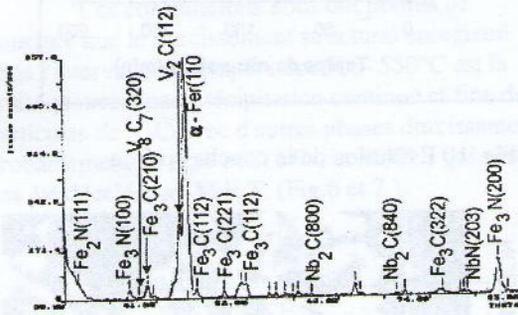
Fig. 11(a). Micrographie électronique d'une coupe transversale de l'acier NV10 nitruré.

Suivant le procédé de nitruration, les conditions de traitement à savoir la nitruration à la température 590°C / 3 h, et la composition chimique ont conduit : à une couche monophasée superficielle de dureté 900 HV qui est constituée essentiellement de nitrides Fe₂₋₃N (ε) et une couche de diffusion d'épaisseur pouvant aller jusqu'à 100 µm et qui est composée de fins précipités de nitrides et carbures (figure 11a).

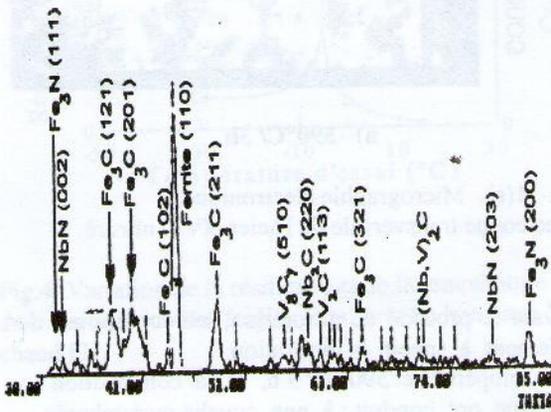
La nature de ces phases est identifiée par la diffraction rasante à angle d'incidence de 10° (fig.12b). Le temps de nitruration d'une heure a donné une dureté à la surface de 600 HV (fig.9.). La figure 11 b montre la présence de la couche monphasée (ϵ) et une couche de diffusion formée de nitrides (NbN), de la phase (α -Fer, des carbures de niobium, de fer et de vanadium des types Nb₂C, V₈C₇ et Fe₃C, ces dernières phases sont indiquées sur le diffractogramme de la figure 12a



(b) 590°C/1h
Fig. 11(b). Micrographie électronique d'une coupe transversale de l'acier NV10 nitruré



(a)
Fig.12.Spectre de diffraction de l'acier NV10 nitruré à 590°C/1h (rayonnement Cu K α , $\omega=10^\circ$).



(b)
Fig.12.Spectre de diffraction de l'acier NV10 nitruré à 590°C/3 h (rayonnement Cu K α , $\omega=10^\circ$).

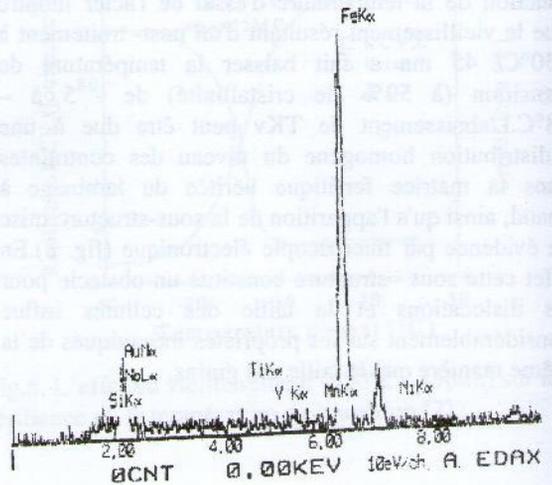


Fig.13. Spectre d'analyse (E.D.A.X.) des éléments à la Surface de l'acier nitruré à 590°C/3h.

De ce fait, ce traitement entrainant la formation d'une couche monphasée est préconisée pour les pièces devant présenter une très grande résistance à l'usure et au frottement. Les résultats d'analyse de la distribution des éléments (Nb et V) à la surface (figure13.), montrent que couche monphasée (ϵ) est associée avec les précipités fins de vanadium et de niobium qui induisent une augmentation corrélatrice de la dureté superficielle et une introduction des contraintes résiduelles de compression, ces résultats sont en accord avec A. Constant.[11].

4.CONCLUSION.

L'étude portant sur le durcissement structural des aciers microalliés au niobium et vanadium nous a montré d'une part que le vieillissement à 550°C pendant 45min a engendré une amélioration de la limite d'élasticité et de la résilience et abaissé la température de transition ductile - fragile. La consolidation est due à la précipitation de particules de V₈C₇ au sein de la matrice ferritique.

D'autre part La nitruration liquide de l'acier microallié de nuance NV10 effectuée à la température de 590°C pendant 3 heures a conduit à la formation d'une couche monphasée de type Fe₂₋₃N (ϵ) et d'une couche de diffusion dans lesquelles on observe des précipités fins de nitrides et de carbures. L'augmentation de la dureté superficielle est susceptible d'améliorer la résistance à l'usure et la limite de fatigue.

Références bibliographiques.

[1]. Bregou (J.), Les aciers de construction à précipitation structurale. Les aciers au Nickel, cuivre-niobium Nicuage 1 et 2. C.I.T.n° 6. 1974.p. 13 85.
 [2]. Haynes (A. G.), Bregou (J.), C. I. T.n° 6.1974. p. 13 97.
 [3]. Thomas (B.J.), Mécanismes de précipitation des carbonitrides dans les aciers de construction peu alliés . C.I.T. n°1. 1969.p.23 7.
 [4]. M.Z. TOUHAMI et al. Congrès euroméditerranéen de la matière condensée. CEM2C. Nantes 8-11 sept 1998. p.168.
 [5]. J.Rofcs.Vcmis, B.Heritier,P.Maitre Pierre, A.Wyekaert.Revue de Métallurgie.C,I.T.Nov 1983.p.879.
 [6]. F.Mahboubi, M.Samandi, D.Dunne, A.Bloyce, T.Bell. Surface and Coating Technology 71(1995).p. 135-141.
 [7]. N.Belkholder. Thèse d'ingénieur. Université de Annaba. 1988.

[8]. I.Campos, J.Oseguera, U. Figueroa, E. Meléndez. Surface and Coating Technology 102 (1998).p.12.
 [9]. Journée ATTT- OTUA- CETIM sur la nitruration des outillages de forge à chaud. Paris 7 Février 1991. p. 49-109.
 [10]. L.Barrallier, R. Soto, J.M. Sprauel, and A.Charai. Metallurgical and Materials Transactions.
 [11]. A. Constant, G. Henry, J.C. Charbonnier, Prin. des trait. ther. et thermochimi, 1992. p.328-334V 28 A, March 1997- 851

- *Institut de Métallurgie et Génie de Matériaux - Université de Annaba - Algérie**
- **Institut de physique - Université de Annaba - Algérie.**
- ***Centre universitaire de Guelma**

3. RESULTATS

3.1. Analyse microstructurale à l'état de réception

Le tableau de nos alliages est présenté. La micrologie des précipités des échantillons