

# Caractérisation d'une carbonituration basse pression à haute teneur en austénite résiduelle

Le CETIM a entrepris une étude sur la carbonituration basse pression à haute teneur en austénite résiduelle pour vérifier les résultats prometteurs obtenus par d'autres équipes pour des applications mécaniques où de hautes performances sont recherchées. Le traitement de carbonituration basse pression a été conçu et réalisé par l'IRT M2P. La structure métallographique et les caractéristiques mécaniques ont été déterminées au CETIM par une série de tests comprenant les techniques classiques de métallographie, d'essais de traction, de dureté et de fatigue ou encore la diffraction X, mais aussi des moyens d'investigation plus innovants tels l'analyse EBSD, le microscope électronique à transmission ou l'indentation instrumentée et la nanoindentation. Des tests de fatigue et d'endommagement réalisés par ASCOMETAL, montrent une amélioration de ces caractéristiques. Les bons résultats obtenus laissent entrevoir des possibilités intéressantes d'applications dans le domaine des engrenages et des roulements.

Marc Buvron <sup>(a)</sup>,  
Mathilde Labonne <sup>(a)</sup>,  
Romaric Collet <sup>(a)</sup>,  
David Maréchal <sup>(b)</sup>,  
Amandine Phillipot <sup>(c)</sup>,  
Christophe Grosjean <sup>(a)</sup>

<sup>(a)</sup>CETIM

<sup>(b)</sup>IRT M2P

<sup>(c)</sup>Ascotal

## CONTEXTE

Les traitements thermo-chimiques évoluent pour répondre à une demande de performances améliorées pour résister à des sollicitations mécaniques plus importantes et permettre un allègement des pièces mécaniques. Les travaux entrepris visent à optimiser les propriétés de pièces typiques comme les engrenages et les roulements. Une orientation prometteuse est l'obtention d'une austénite résiduelle stabilisée qui améliore la tenue en température, la ténacité et la tenue en fatigue. Plusieurs voies sont empruntées pour atteindre ce but :

- La carbonituration d'aciers alliés favorise la formation et la stabilisation de l'austénite résiduelle grâce à l'effet gammagène conjugué du carbone et de l'azote.
- La trempe bainitique d'aciers alliés, cémentés, carbonitrurés ou d'aciers à roulement maintient une dureté comparable à une structure martensitique revenue, avec une amélioration de la résistance à la fatigue mécanique.
- Le traitement de Quenching and Partitioning sur des aciers alliés au manganèse améliore également les caractéristiques mécaniques et la résistance à l'endommagement. Ces traitements peuvent éviter la formation préjudiciable d'oxydation interne s'ils sont réalisés sous vide.

La trempe bainitique est difficilement réalisable en four sous vide avec les installations disponibles. En effet, gérer un palier de température lors du refroidissement en four sous vide est particulièrement délicat sur une charge industrielle.

Le traitement de Quenching Partitioning ne peut être pratiqué que sur des pièces de faible massivité et nécessite une mise au point fastidieuse qui oblige à la réalisation de nombreux cycles d'essais préalables.

La carbonituration basse pression à haute teneur en austénite résiduelle, réalisable dans une installation de cémentation basse pression adaptée. Ce traitement peut être transférable rapidement sur une installation et une charge industrielles. Les différentes études réalisées sur la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle montrent l'intérêt de cette solution. Les propriétés indiquées sont les suivantes :

- Une teneur en austénite de plus de 20% permet d'accommoder une quantité plus importante de contraintes avant d'initier des ruptures<sup>[1]</sup>. L'augmentation de la capacité de résistance à l'endommagement permet d'augmenter la résistance à la fatigue de contact et la limite d'endurance<sup>[2][3]</sup>.
- L'austénite résiduelle qui se transforme par écrouissage en une martensite très fine et non fragile freine la propagation des fissures. En revanche, la transformation de gros grains d'austénite à basse température par refroidissement forme une martensite grossière très fragile<sup>[1]</sup>.
- Pendant la propagation de la fissure, une microstructure fine agit comme une barrière. L'espace entre éléments (joint de grain, particule sphérique, colonies de martensite) est plus faible. La fissure dépense plus d'énergie pour croître<sup>[3]</sup>. À l'extrémité des fissures dans la zone de concentration de contraintes, l'austénite se transforme en martensite très fine avec une forte expansion volumique qui engendre un réseau de contraintes de compression très élevées qui bloquent la propagation<sup>[3]</sup>.
- L'austénite résiduelle n'est intéressante que si elle présente une stabilité suffisante, à la fois d'un point de vue thermique et mécanique. La stabilité de l'austénite résiduelle dépend de la composition chimique, de la morphologie et de la taille des grains et de l'orientation

cristallographique<sup>[4]</sup>. Cette stabilisation est favorisée par la présence (i) de nickel, carbone, azote selon<sup>[5]</sup>, (ii) de carbone, manganèse, chrome, nickel, molybdène selon<sup>[2]</sup>. Le silicium renforce la stabilité thermique et la résistance au revenu<sup>[2]</sup>. Le carbone et le manganèse améliorent la stabilité de l'austénite selon<sup>[4]</sup>. Dans les couches cémentées, plus les grains d'austénite sont de petites tailles plus l'austénite est stable<sup>[6]</sup>. L'austénite sous forme de film est plus favorable que l'austénite sous forme de gros grain<sup>[7]</sup>. L'austénite résiduelle peut être thermiquement stabilisée grâce à une ségrégation des atomes interstitiels (carbone, azote) sur les dislocations, ce qui inhibe leur mobilité et bloque la transformation<sup>[2]</sup>. La stabilité thermique de l'austénite résiduelle est possible jusqu'à 280 °C<sup>[8]</sup>. Il n'apparaît pas de transformation jusqu'à 240 °C. À 280 °C, la moitié du stock disparaît<sup>[9]</sup>. L'austénite résiduelle peut être mécaniquement stabilisée grâce à une relaxation des contraintes par revenu, par une trempe interrompue, une vitesse de refroidissement lente ou un réarrangement des dislocations. En effet la martensite nécessite un champ de contrainte favorable dans l'austénite<sup>[2]</sup>. L'austénite résiduelle est stabilisée par un double maintien isotherme en dessous puis au-dessus de Ms (traitement de Quenching and Partitioning) ou une trempe bainitique<sup>[2]</sup>. La stabilité de l'austénite résiduelle dépend de l'orientation cristallographique de l'austénite. L'austénite est stabilisée si elle présente une orientation selon des plans [111] mais elle moins stable avec une orientation selon des plans [001]<sup>[10]</sup>.

- La pénétration de l'azote est moindre que celle du carbone (environ la moitié). La solubilité de l'azote décroît lentement lorsque la température augmente. Des nitrures peuvent se former. Des porosités peuvent se former en surface si la concentration en ammoniac est excessive<sup>[3]</sup>. En carbonituration gazeuse, la teneur en austénite résiduelle est moins forte en surface à cause de l'oxydation interne<sup>[3][12]</sup>. L'azote libre en solution solide durcit l'austénite.
- Les carbonitrurations réalisées dans des études précédentes ont des teneurs comprises entre 30 % et 60<sup>[3][11]</sup>.
- Avec la carbonituration à 50 % d'austénite résiduelle, la résistance à la fatigue est augmentée de 15 % par rapport à une solution cémentée avec 25 % d'austénite résiduelle. La capacité de charge en pitting peut augmenter jusqu'à 1800 MPa pour des roues dentées carbonitrurées<sup>[8]</sup>.
- Le grenailage de précontrainte améliore fortement la résistance à la fatigue mécanique grâce aux contraintes résiduelles de compression introduites et à la transformation d'une partie du stock d'austénite résiduelle en martensite. Un polissage ou une rectification produisent le même effet en éliminant la couche oxydée interne<sup>[13]</sup>.

Le CETIM a donc décidé de travailler sur la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle réalisée dans une installation de traitement basse pression pour éviter toute oxydation interne et limiter les reprises en usinage en réduisant les déformations.

## MISE AU POINT DU CYCLE

L'IRT M2P a été choisi pour concevoir et réaliser les cycles thermochimiques sur éprouvettes<sup>[14]</sup>. Des essais préalables ont été réalisés pour quantifier les prises de poids dues à l'introduction du carbone et de l'azote lors de phases de cémentation et de nitruration, éventuellement combinées. Les essais ont porté sur la nuance d'acier 23MnCrMo5, classiquement utilisée pour des engrenages dans le domaine automobile. Ces cycles thermochimiques ont ensuite été pratiqués et ajustés pour permettre l'obtention de l'objectif :

- Taux d'austénite visé en surface : 50 %.
- Teneur visée en azote proche surface : 0.5 % N à 300 µm.
- Absence de nitrures ou de carbures en réseaux nécessitant une reprise en rectification.
- Le cycle de carbonituration ne doit pas excéder 6 h de traitement.
- Un point d'attention est porté sur la capacité à transposer la recette sur d'autres installations industrielles. Les résultats du cycle finalisé dans lequel les échantillons de caractérisation ont été réalisés sont les suivants :
  - Le temps de traitement est de 3 h 11 min
  - L'austénite résiduelle est à 59.5 % proche surface (mesure CREAS, à 50 µm de la surface)
  - La profondeur de carbonituration E650 se trouve à 0.7 mm
  - Présence de Fe<sub>3</sub>C en faible proportion (et n'apparaissant pas en réseau),

Pour vérifier l'impact des traitements complémentaires couramment pratiqués sur engrenages, une partie des échantillons ont subi un revenu réalisé à 160 °C pendant 1 h. D'autres échantillons ont subi un grenailage de précontrainte.

Le traitement de carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle a été comparé à un traitement plus classique, également réalisé par l'IRT M2P, avec une teneur de l'ordre de 20 % d'austénite résiduelle.

## CARACTÉRISATIONS MÉTALLURGIQUES DES ÉPROUVETTES

Les différentes configurations de traitements ont été examinées selon différentes techniques : la micrographie, les filiations de microdureté, une analyse EBSD, une analyse TEM et une analyse WDS.

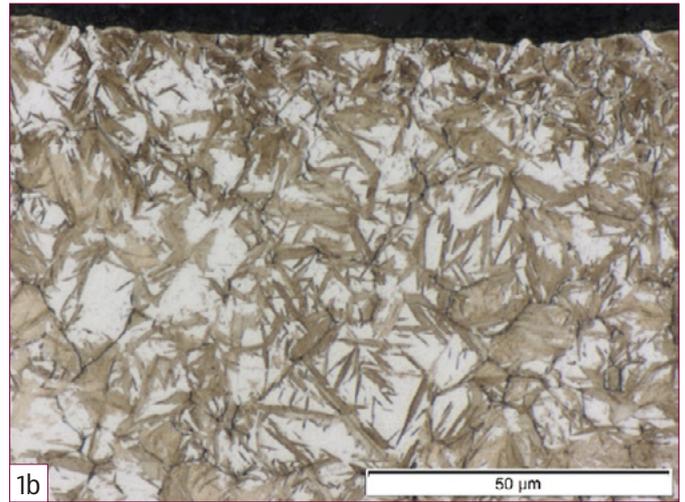
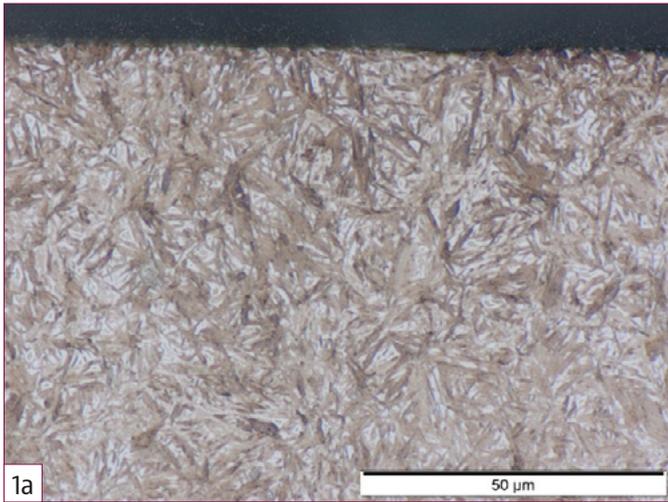
### Micrographie

Les micrographies réalisées par l'IRT M2P et le CETIM à l'aide de microscopes optiques et après attaque Nital, montrent une microstructure mêlant la martensite et l'austénite résiduelle. L'austénite est en plus grande quantité sur l'échantillon issu de la nouvelle carbonituration que sur la carbonituration basse pression classique (**figure 1**). On remarque, sur la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle, la présence de grains d'austénite résiduelle dans lesquels se développent les aiguilles de martensite.

Retrouvez cet article ainsi que toute nos archives



traitementsetmatériaux.fr



**Figure 1**

Micrographies à x1000 réalisées par l'IRT M2P de la carbonituration classique (1a) et de la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle (1b). L'austénite apparaît en blanc.

On note une absence de nitrures et la présence de quelques carbures discontinus qui ne forment pas de réseaux et qui ont été acceptés car ils ne semblaient pas pouvoir fragiliser la couche.

**Filiations de dureté**

Les filiations de dureté ont été réalisées en échelle Vickers, sous une charge de 1kg, soit HV1 (figure 2), pour les différentes configurations de traitement.

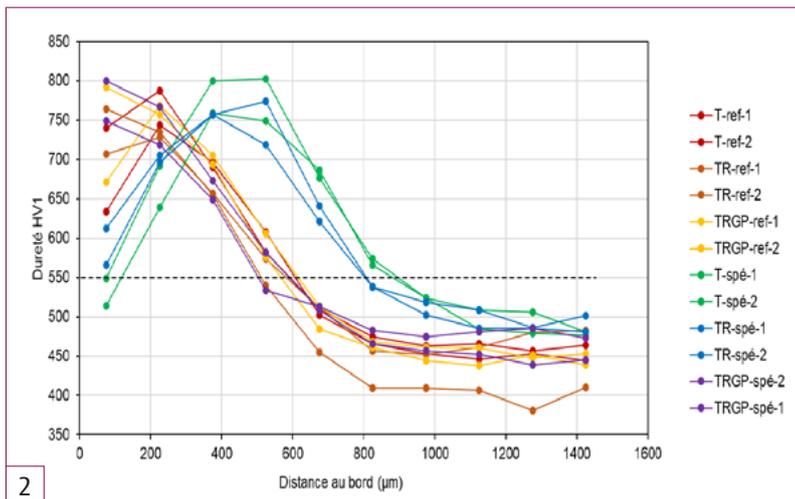
Les traitements de carbonituration classiques présentent une dureté maximale vers 0,2mm de la surface alors que celle-ci, apparaît plutôt autour de 0,4 mm, pour la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle. Les duretés maximales obtenues sont comprises entre 700 et 800 HV.

La profondeur conventionnelle de traitement E550, mesurée à 550 HV, est de l'ordre de 0,5 mm pour la carbonituration classique et 0,8 mm environ pour la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle. Après grenailage de précontrainte, on note une diminution de la profondeur traitée non expliquée pour la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle.

Le post traitement de grenailage de précontrainte permet de rehausser la dureté superficielle à la surface de la pièce grâce à la transformation superficielle de l'austénite en martensite sous l'effet de l'érouissage.

**Figure 2**

Filiations de dureté réalisées sur les différentes configurations de traitement.  
T : carbonituration,  
R : revenu,  
GP : grenailage de précontrainte,  
ref : carbonituration classique,  
spé : carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle.



**Analyse EBSD**

L'EBSD (Electron Backscattered Diffraction) est un système d'acquisition permettant de capturer un phénomène de diffraction d'un faisceau électronique sur un écran phosphore, à la suite de l'interaction du faisceau avec le matériau. La figure en bande obtenue, dit cliché de Kikuchi, est représentative de l'organisation cristalline du matériau et dépend conjointement de la nature chimique du matériau et de sa microstructure (type de maille et orientation cristalline, défauts, etc.). L'acquisition en chaque point de ce cliché permet d'obtenir des cartographies haute résolution permettant l'observation de la microstructure, l'étude de l'orientation cristalline, et l'indexation de phases.

L'instrument utilisé pour l'étude est un analyseur EBSD Oxford Symetry 2 monté sur le MEB JEOL IT700HR.

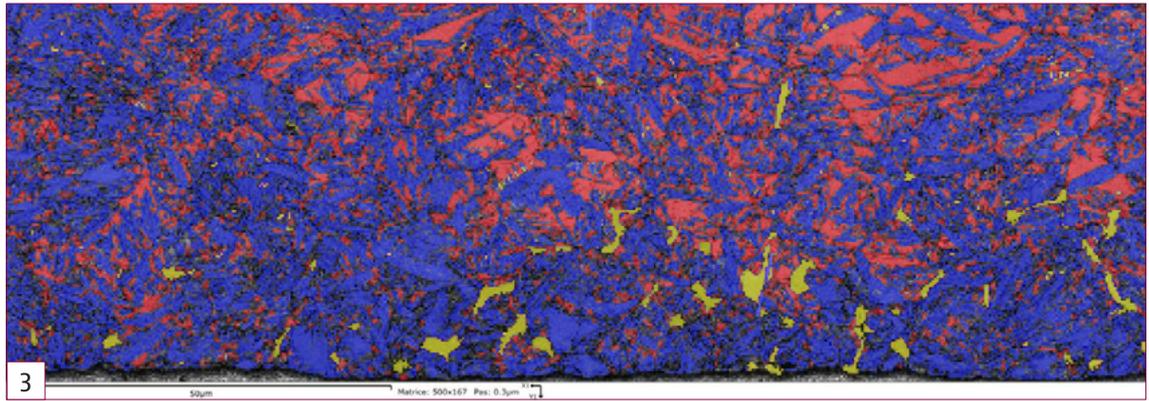
L'intérêt pour notre étude est de visualiser les différentes phases cristallographiques présentes dans la couche traitée et leur répartition. La technique permet théoriquement de doser les phases en présence.

Une première analyse en surface permet d'identifier sur l'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle des îlots discontinus de cémentite (en jaune), la martensite apparaît en bleu et l'austénite résiduelle en rouge (figure 3).

Les examens EBSD combinés à l'analyse au microscope optique et à la microdureté ont permis de mettre en évidence plusieurs tendances sur les échantillons investigués. Le traitement de carbonituration classique a permis d'obtenir des échantillons avec une profondeur de cémentation d'environ 500µm. La microstructure est fine de type martensite en lattes ou aiguillée avec de faibles taux d'austénite résiduelle. La microstructure semble plus fine et plus contrainte en extrême surface (< 50 µm). Le traitement de carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle sans grenailage conduit à une microstructure mixte avec des zones présentant de larges plages d'austénite avec des plages de martensite larges et plutôt sous forme de lattes, et d'autres zones présentant une microstructure martensitique fine et aiguillée, avec de plus petites plages d'austénite. Le taux d'austénite détecté est maximal en sous-couche (50 à 100 µm). Des carbures de cémentite se sont formés

**Figure 3**

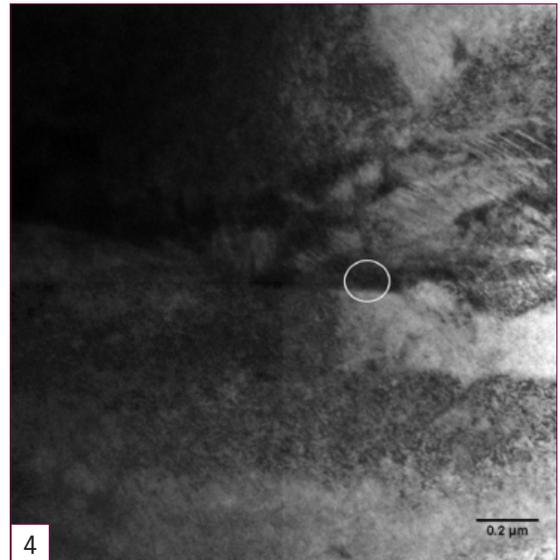
Identification de cémentite (en jaune) en surface sur l'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle – martensite (bleu), austénite (rouge).



ponctuellement en extrême surface. Le grenailage de précontrainte induit un écrouissage de surface conduisant à de plus faible taux d'indexation. La microstructure issue de la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle avec grenailage de précontrainte se rapproche de celle des échantillons de référence, avec des niveaux de dureté similaires.

**Figure 4**

Lamelles d'austénite inter latte visibles par microscopie électronique en transmission sur un échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle.



Cependant l'analyse EBSD effectuée ne permet pas de doser précisément les différentes phases car les structures de très faibles dimensions comme de fines lamelles situées entre les lattes ou les aiguilles de martensite ou de tout petits grains, ne sont pas indexés. Pour visualiser les nanostructures non indexées et difficilement discernables au MEB, une analyse TEM (microscopie électronique en transmission) a été entreprise. Les observations réalisées mettent en évidence des lamelles d'austénite de quelques dizaines de nm d'épaisseur (figure 4).

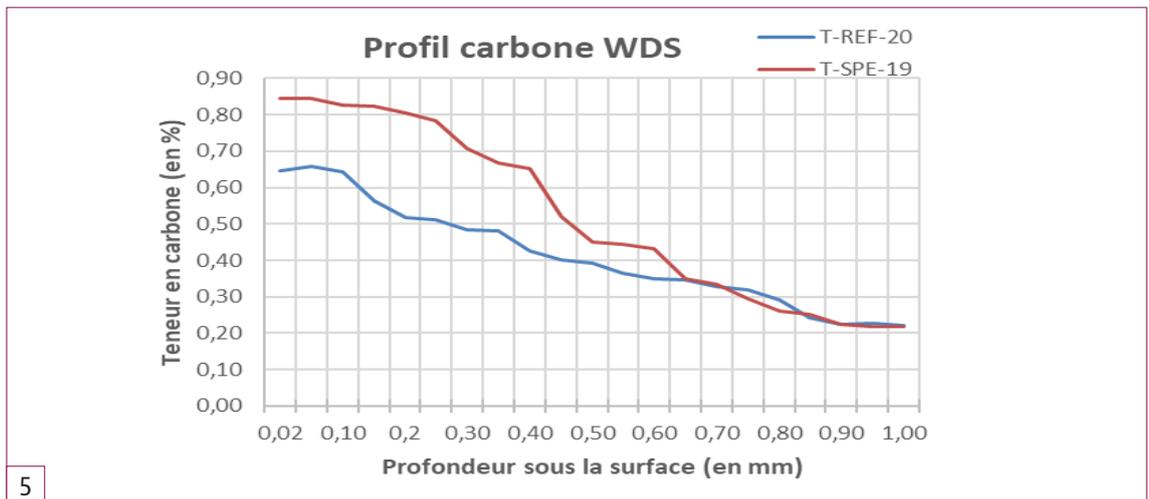
**AnalyseS WDS**

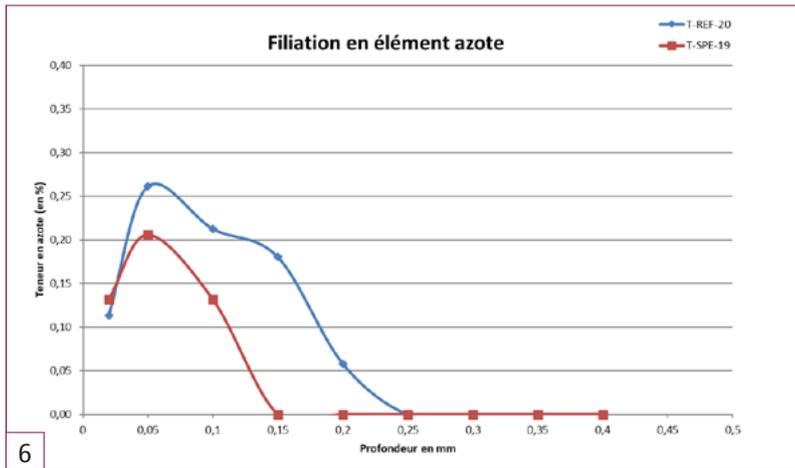
Des analyses WDS ont été réalisées au MEB pour déterminer les profils carbone et azote après carbonituration. Les analyses WDS, quantitatives sur l'élément carbone ont été effectuées au grossissement x10000, au moyen d'un spectromètre sélectif en longueur d'onde (WDS) Oxford Wave 500 associé au microscope à balayage électronique (MEB). Les profils de teneur en carbone en fonction de la profondeur sont représentés sur la figure 5.

En surface la teneur en carbone est de 0,65% pour l'échantillon traité par carbonituration classique et 0,84% pour l'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle. La teneur en carbone se maintient sur 0,10 mm dans le cas de l'échantillon traité par carbonituration classique et sur 0,25 mm dans le cas de l'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle. Pour des profondeurs plus élevées, la teneur en carbone diminue progressivement pour rejoindre la teneur initiale vers 1 mm de profondeur.

**Figure 5**

Profils de teneur en carbone par analyse WDS en fonction de la profondeur. En bleu carbonituration classique et en rouge carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle.





**Figure 6**  
Profils de teneur en azote par analyse WDS en fonction de la profondeur. En bleu : carbonituration classique et en rouge : carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle.

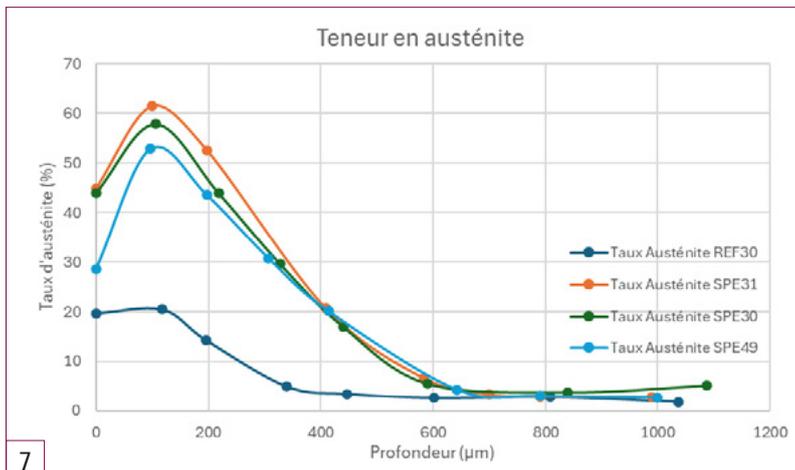
Des microanalyses X quantitatives sur l'élément azote ont été effectuées au grossissement x5000, au moyen d'un spectromètre sélectif en longueur d'onde (WDS) Oxford Wave 500 associé au microscope à balayage électronique (MEB).

En surface la teneur en azote est de 0,11% pour l'échantillon traité par carbonituration classique et 0,13% pour l'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle (figure 6). On note une remontée de cette teneur à 0,05 mm. La teneur en azote est de 0,26% pour l'échantillon traité par carbonituration classique et 0,21% pour l'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle.

A 0,15 mm, la teneur en azote de l'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle est en dessous de la limite de quantification de 0,10%. Cette valeur est atteinte à 0,25mm pour l'échantillon traité par carbonituration classique.

L'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle présente donc une plus faible profondeur de diffusion en azote pour que pour l'échantillon traité par carbonituration classique, pour éviter la présence de nitrures superficiels potentiellement fragilisants. Ceci est important car l'azote est volontairement rajouté pour stabiliser mécaniquement et thermiquement l'austénite résiduelle. Une présence moins importante de l'azote limite donc cet effet de stabilisation.

**Figure 7**  
Profils de teneurs en austénite résiduelle. REF 30, carbonituration classique, SPE31 carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle, SPE30 carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle et revenu, SPE49 carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle, revenu et grenailage de précontrainte.



**Figure 7**

**ÉVALUATION DE LA TENEUR EN AUSTÉNITE RÉSIDUELLE ET DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PAR DIFFRACTION DE RAYONS X**

Des dosages d'austénite et des analyses de contraintes résiduelles ont été réalisées sur des échantillons carbonitrurés traités par carbonituration classique, carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle, carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle et revenu, carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle, revenu et grenailage de précontrainte. Le dosage d'austénite est réalisé par diffraction de rayons X en dispersion d'énergie [15]. L'installation utilisée est un diffractomètre à rayons X équipé d'une diode SiLi.

Les teneurs maximales en austénite résiduelle sont obtenues à 0,1mm de profondeur (figure 7). La teneur en surface est plus faible probablement à cause de la plus faible teneur en azote superficielle (figure 6) :

- Sur l'échantillon traité par carbonituration classique, la teneur maximale est de 20% (30% visé par l'IRT M2P) avec 20% en surface.
- Sur l'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle, la teneur maximale est de 61% avec 45% en surface.
- Sur l'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle et revenu, la teneur maximale est de 58% avec 44% en surface
- Sur l'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle, revenu et grenailage de précontrainte, la teneur maximale est de 53% en sous couche avec 28% en surface.

Le revenu provoque une transformation d'austénite en martensite, mais la fraction transformée est faible. En revanche, l'impact du grenailage de précontrainte est beaucoup plus important. La teneur en austénite résiduelle est quasiment divisée par 2 en surface.

Les analyses ont été réalisées selon la norme EN 15305 (2009) relative aux Méthodes d'essais pour l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction de rayons X à l'aide d'installations robotisées X-RAYBOT utilisant des rayonnements chrome et manganèse. Les calculs sont effectués à partir du logiciel StressDiff par la méthode des  $\sin^2\Psi$  avec une méthode de localisation des pics par lissage développée par le CETIM en calcul biaxial [16].

Les profils de contraintes résiduelles des traitements de carbonituration avec ou sans revenu suivent des évolutions proches avec une valeur en compression de faible intensité, entre -18 et -119 MPa mais qui atteint un maximum vers 0,6 mm de profondeur avec des valeurs évoluant entre -148 et -367 MPa (figure 8). En revanche, l'échantillon traité par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle, revenu et grenailage de précontrainte présente une contrainte résiduelle en compression en surface de -1061 MPa. La valeur diminue ensuite pour passer en traction à 88 MPa, à 0,3 mm de profondeur, avant de repasser en compression (figure 8).

### ÉVALUATION DE LA STABILITÉ DE L'AUSTÉNITE RÉSIDUELLE

La stabilité thermique de l'austénite résiduelle a été évaluée en réalisant des chauffages successifs ou des refroidissements successifs. La transformation de l'austénite en martensite sous contrainte mécanique a également été évaluée.

#### Stabilité de l'austénite après chauffages successifs

La stabilité de l'austénite a été évaluée en réalisant un maximum de 10 chauffages successifs à 250 °C pendant 1h avec un refroidissement à l'ambiante en 3 heures. Des échantillons ont été sortis après 1, 2, 3, 5 et 10 cycles. Des mesures comparatives de teneurs en austénite résiduelles ont été effectuées à l'aide d'un Feritscope MP30E (figure 9) [17]. Les valeurs mesurées par Feritscope (données en%) reflètent une fraction de phase magnétique. Elles peuvent être comparées entre elles, mais n'indiquent pas une teneur réelle. C'est pourquoi elles ne seront utilisées ici qu'à des fins de comparaison.

Une augmentation progressive de la teneur en austénite transformée est constatée. La différence entre la carbonitruration classique qui contenait initialement 20% d'austénite résiduelle et la carbonitruration à haute teneur en austénite résiduelle qui contenait initialement 60% d'austénite résiduelle est peu marquée sauf pour les dernières mesures au bout de 10 cycles. La teneur en austénite résiduelle comparative diminue de 10% pour la carbonitruration classique et d'environ 15% pour la carbonitruration à haute teneur en austénite résiduelle.

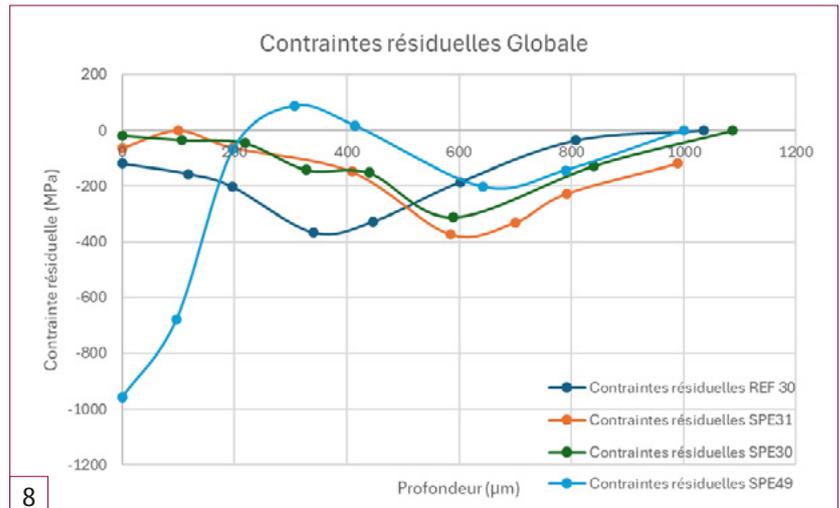
Cette évolution n'est pas favorable et s'explique probablement par une teneur en azote insuffisamment importante dans les couches superficielles de la pièce (l'azote gammagène stabilise l'austénite) dans le cas du traitement de carbonitruration à haute teneur en austénite résiduelle.

#### Stabilité de l'austénite après refroidissements successifs

La stabilité de l'austénite a été évaluée en réalisant un maximum de 10 refroidissements successifs à -50 °C pendant 1heure puis retrait des échantillons et remontée à l'ambiante en 2 heures.

Des échantillons ont été sortis après 1, 2, 3, 5 et 10 cycles. Des mesures comparatives de teneurs en austénite résiduelle ont été effectuées à l'aide d'un Feritscope (figure 10). Les mesures effectuées sont celles du taux de ferrite qui est le complément à 100% du taux d'austénite résiduelle.

L'évolution de la teneur en austénite résiduelle après refroidissement est très faible pour la carbonitruration classique. Une quasi-stabilité de la teneur en austénite résiduelle est observée avec même une légère augmentation après 5 et 10 cycles qui doit être comprise dans l'incertitude de mesure.



8

En revanche une transformation de l'ordre de 10% de l'austénite résiduelle est évaluée comparative-ment dès le premier cycle dans le cas de la carbonitruration à haute teneur en austénite résiduelle. Cette valeur n'évolue plus au fur et à mesure de la répétition des cycles. Dans la pratique, si un traitement cryogénique était réalisé juste après traitement de carbonitruration à haute teneur en austénite résiduelle selon la gamme de l'IRT M2P, il est possible de supposer que la structure obtenue serait alors quasi-stable et évoluerait peu lors de refroidissements ultérieurs à la même température.

Figure 8

Profils de contraintes résiduelles. REF30 carbonitruration classique, SPE31 carbonitruration à haute teneur en austénite résiduelle, SPE30 carbonitruration à haute teneur en austénite résiduelle et revenu, SPE49 carbonitruration à haute teneur en austénite résiduelle, revenu et grenailage de précontrainte.

#### Stabilité de l'austénite sous contrainte mécanique

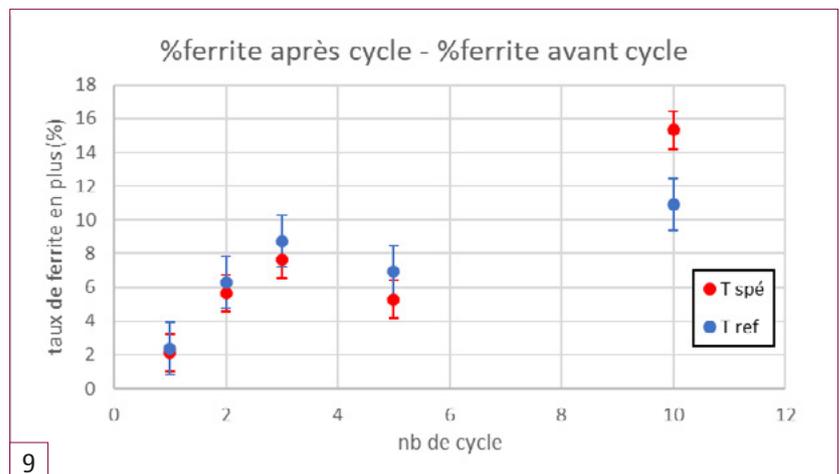
Des essais de traction interrompus ont été réalisés pour estimer la stabilité de l'austénite résiduelle lorsque la pièce est soumise à une contrainte mécanique croissante. Les mesures de teneur en austénite résiduelle ont été réalisées par diffraction X.

La figure 11 indique la différence de teneur en austénite résiduelle mesurée après l'essai.

La transformation de l'austénite résiduelle est très faible (moins de 3%) jusqu'à environ 1100 MPa (limite apparente d'élasticité). Au-delà la proportion d'austénite transformée augmente jusqu'à atteindre,

Figure 9

Transformation de l'austénite résiduelle après chauffages successifs à 250°C. En bleu carbonitruration classique et en rouge carbonitruration à haute teneur en austénite résiduelle.



9

à 1250 MPa, 7,5% pour l'échantillon avec une carbonituration classique et 6% pour l'échantillon avec une carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle. La rupture de l'éprouvette est obtenue vers 1350 MPa.

**Macroindentation instrumentée**

Des mesures réalisées avec un équipement de macroindentation instrumentée PLX Benchtop (figure 12) selon la méthode PIP (profilometry-based indentation plastometry) permet d'extraire les propriétés mécaniques macroscopiques généralement déterminées via des essais de traction ( $R_m$ ,  $R_{p0,2}$ ...) au moyen d'indentation. Cette méthode a été employée dans le cadre de cette étude pour évaluer l'effet des différents traitements sur l'évaluation des propriétés macroscopique au moyen de la méthode PIP. Ainsi des mesures ont été réalisées à cœur (en dehors de la zone traitée) et en surface (au niveau de la zone traitée).

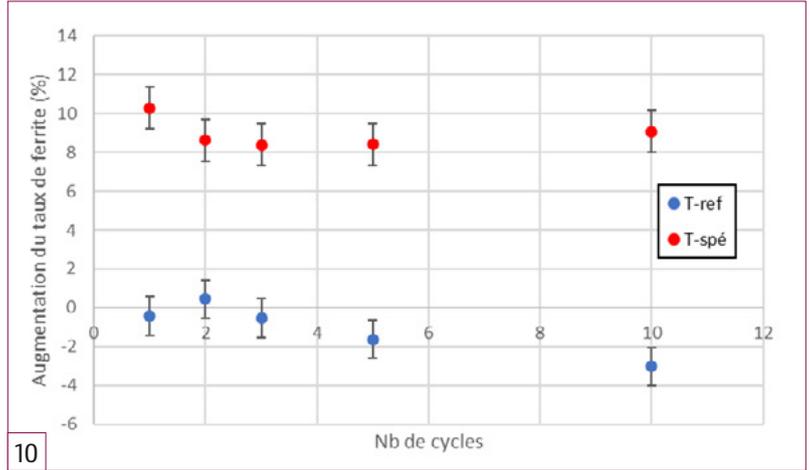


**Figure 12 :** Indenteur PLX-Benchtop réalisant l'indentation et la mesure du profil de l'empreinte pour la méthode PIP.

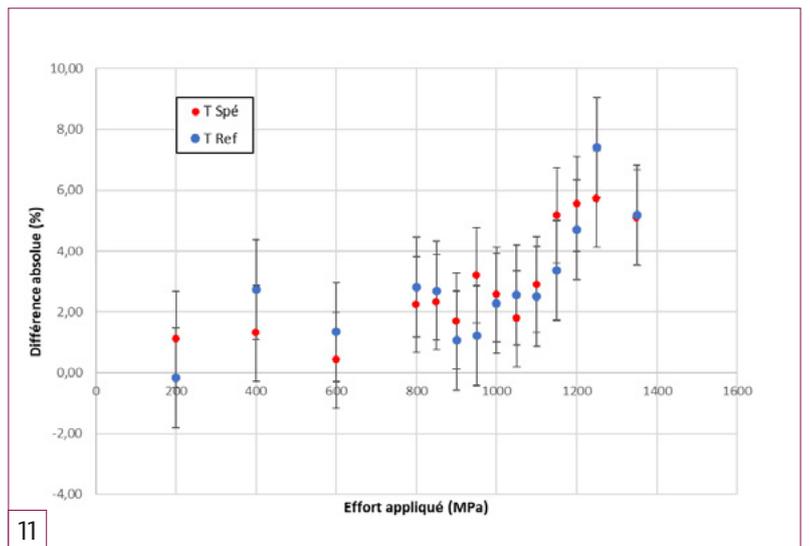
La limite à rupture et la limite d'élasticité ont été évaluées par la méthode PIP pour les échantillons traités par (i) carbonituration classique, (ii) carbonituration classique, revenu et grenailage de précontrainte, (iii) carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle, (iv) carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle, revenu et grenailage de précontrainte. Les valeurs obtenues de limite à rupture ( $R_m$ ) sont quasiment identiques pour toutes les configurations ( $2500 \pm 100$  MPa). La limite à rupture évaluée au niveau de la surface est similaire pour tous les échantillons, il n'y a pas d'effet de la nature du traitement sur cette valeur. La valeur est significativement plus grande en surface qu'à cœur, à cause de l'augmentation de la dureté en surface.

**Nanoindentation**

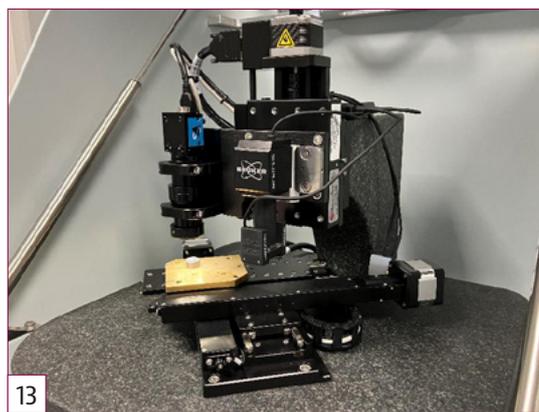
La nanoindentation permet de mesurer la dureté de chaque phase. Des cartographies de dureté sont obtenues. L'équipement de nanoindentation utilisé est un Brucker TS 77, présenté en figure 13 et un indenteur Berkovich (figure 14). Sur les cartographies réalisées sur les différents traitements de carbonituration (figure 15), les points les plus durs 13 GPa (environ 1200 HV) sont majoritairement martensitiques.



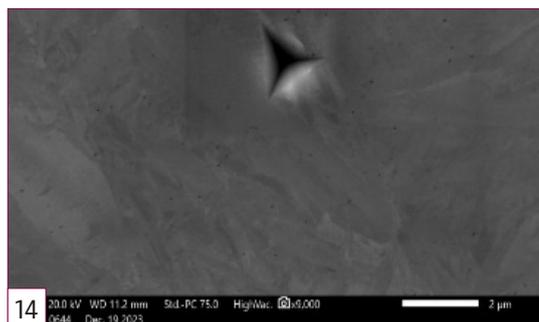
**10**



**11**



**Figure 13 :** Equipement de nanoindentation



**Figure 14 :** Empreinte réalisée avec un indenteur Berkovich

**Figure 10**

Stabilité de l'austénite après refroidissements successifs à -50°C. En bleu : carbonituration classique et en rouge : carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle.

**Figure 11**

Évolution de la teneur en austénite lors d'essais de traction interrompus. En bleu : carbonituration classique et en rouge : carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle.

Les duretés les plus faibles, 4 GPa (environ 400 HV), sont obtenues sur les points majoritairement austénitiques.

Avec  $HV_{it\_approx} = HIT \text{ (en MPa)} / 10,80$   
(Cf. figure 15)

Certaines courbes d'indentation présentent des décalages; la pointe s'enfonce subitement pour un même effort. Il s'agit d'effet pop-in (figure 16). Les effets pop-in interviennent à des efforts variables allant de 2 000  $\mu\text{N}$  à 3 500  $\mu\text{N}$ . Ce phénomène est dû à la transformation de l'austénite en martensite.

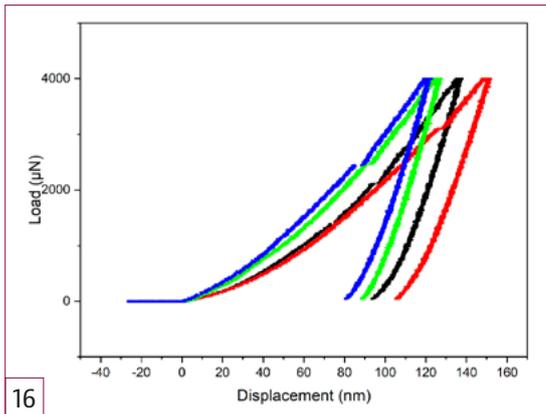


Figure 16: Effet pop-in dû à la transformation de l'austénite lors des mesures de nanoindentation sur l'échantillon traité par carbonituration classique.

Grâce à ces courbes d'indentation, il est possible d'apprécier les propriétés matériaux locales et la stabilité lors de l'application d'une contrainte mécanique. L'effet pop-in indique la contrainte mécanique approximative qui permet de transformer l'austénite résiduelle en martensite.

**ESSAIS DE FROTTEMENT ET DE CAVITATION**

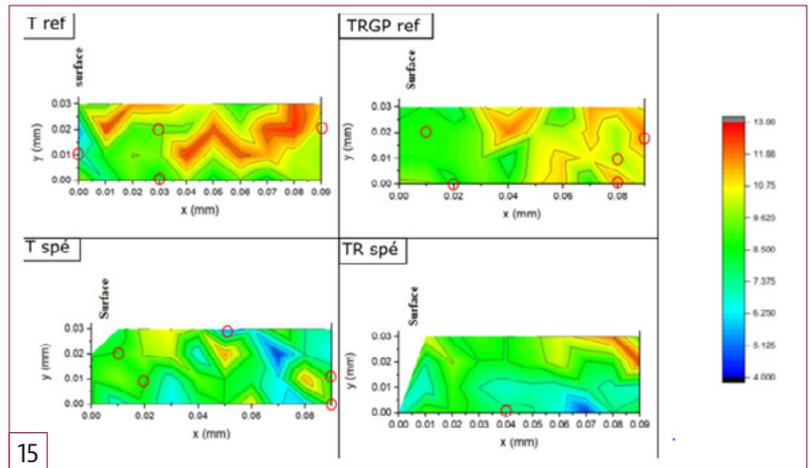
**Essais de frottement**

L'essai de frottement linéaire alternatif par une bille d'acier en acier 100Cr6 sans lubrification, a été réalisé sur l'équipement Plint TE-77 new, selon la norme ASTM G133 sur la carbonituration classique et sur la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle. Tous les échantillons testés ont subi le grenailage de pré-contrainte. L'évolution du coefficient de frottement est présentée sur la figure 17.

Les résultats obtenus montrent que le coefficient de frottement à la fin de l'essai est proche pour tous les échantillons, sans différences marquées. Le coefficient de frottement final obtenu est compris entre 0,5 et 0,6. Le volume usé sur les plaques traitées montre une baisse significative de 63% en faveur de la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle (figure 18). Le volume usé passe de 0,00981  $\text{mm}^3$  à 0,00361  $\text{mm}^3$ .

**Essais de cavitation**

L'essai de cavitation permet d'évaluer la résistance à l'endommagement sous l'effet de microchocs sur les différentes configurations de traitement de carbonituration.



Les essais ont été réalisés sur un dispositif pour réaliser des essais de cavitation selon la norme ASTM G32 (figure 19). Il comprend un générateur de vibration piézo-électrique (oscillateur piézo-électrique et chaîne de pilotage), ainsi qu'un système de refroidissement pour maintenir la température de la cuve (dans laquelle l'essai est réalisé), qui possède une double paroi afin de permettre la circulation du caloporteur.

Le milieu d'essai est renouvelé pour chaque essai. Avant le début de l'essai, le milieu de test subit un dégazage initial en soumettant un échantillon martyr aux conditions d'essai. L'échantillon testé est ensuite installé sur l'oscillateur, immergé dans le milieu de test, et soumis à une oscillation à haute fréquence, qui entraîne l'apparition d'un phénomène de cavitation à la surface de l'échantillon. L'échantillon est démonté plusieurs fois au cours de l'essai afin d'être pesé.

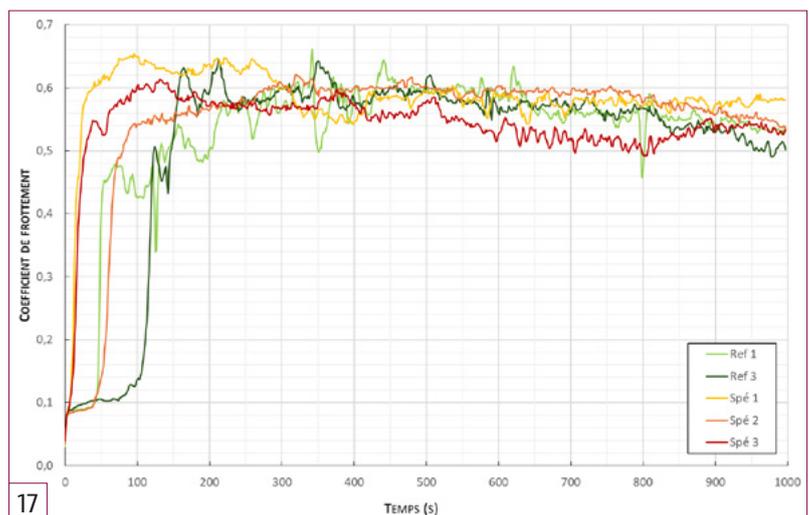
L'usure des échantillons avec le traitement de carbonituration classique (Ref) est de plus en plus rapide, tandis que les échantillons avec le traitement de carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle (Spé) présentent une usure rapide pendant la première demi-heure suivie d'une usure à vitesse plus faible que le traitement de carbonituration classique (figures 20 et 21). Cela est probablement dû à la présence initiale d'une grande quantité d'austénite puis sa transformation partielle en martensite.

Figure 15

Cartographies de nanoindentation réalisées sur les différentes configurations de carbonituration testées. Les ronds indiquent les endroits où l'effet pop-in a été détecté.

Figure 17

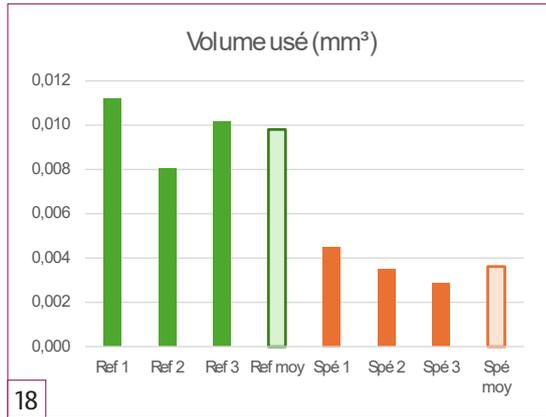
Évolution du coefficient de frottement lors des essais. Ref échantillons traités par carbonituration classique. Spé échantillons traités par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle.



17

**Figure 18**

Volume usé au niveau de la plaque traitée. En vert échantillons Ref traités par carbonituration classique. En orange échantillons Spé traités par carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle.



**Figure 19**

Vue d'ensemble du dispositif.



Comparativement au traitement de référence, le traitement de carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle (Spécial) apporte donc une amélioration importante de la tenue à la cavitation (dans l'eau pure) et donc de la résistance à l'endommagement, malgré une performance initiale inférieure.

Les éprouvettes testées ont été traitées en carbonituration classique et en carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle. Dans les 2 cas, les éprouvettes ont été revenues puis ont subi le grenailage de précontrainte.

L'évolution en pourcentage est positive de 6% avec un gain de 100 MPa pour atteindre 1775 MPa avec la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle. Cette augmentation est considérable car les résultats obtenus avec la carbonituration classique atteignaient déjà une valeur élevée avec 1675 MPa (figure 23).

**Figure 20**

Vitesse d'érosion lors de l'essai de cavitation sur le traitement de carbonituration classique (Ref) et le traitement de carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle (Spé).

**ESSAIS DE FATIGUE**

**Essais de flexion 4 points**

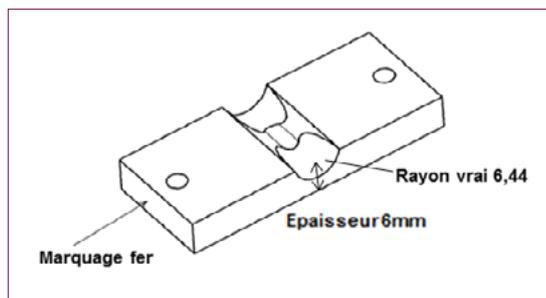
Des essais ont été réalisés pour évaluer la limite de fatigue en pied de dent d'une roue dentée. L'essai de fatigue utilisé est la flexion 4 points réalisée sur une éprouvette particulière dessinée avec un Kt d'environ 1,48 permettant de simuler le pied de dent des pignons (figure 22). La méthode « staircase » a été utilisée afin de déterminer la résistance en fatigue des deux lots à 2 millions de cycles avec un total de 17 éprouvettes. Les essais ont été réalisés sous 30 Hz avec un rapport de charge R = 0,1.

**Essai d'endommagement Brügger**

Les essais Brügger sont réalisés avec un mouton pendule de Charpy instrumenté avec une éprouvette de forme cylindrique avec 2 tétons (figure 24). Ils permettent d'apprécier la résistance à l'endommagement en mesurant la force nécessaire pour rompre les tétons sur des éprouvettes traitées en surface (nécessite un montage spécifique par rapport à un mouton Charpy traditionnel) Cf. figure 24.

**Figure 21**

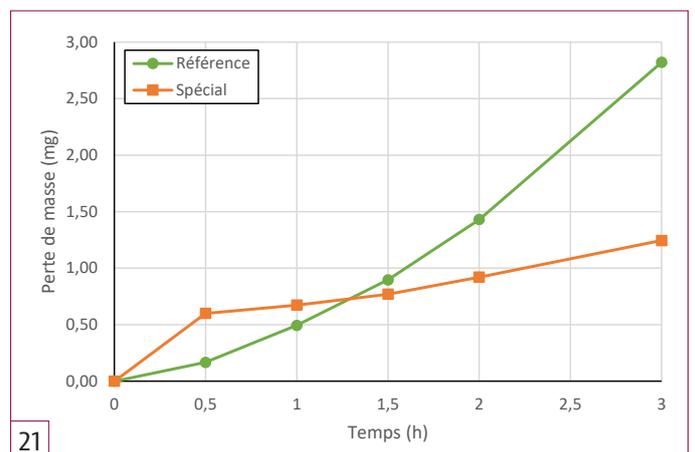
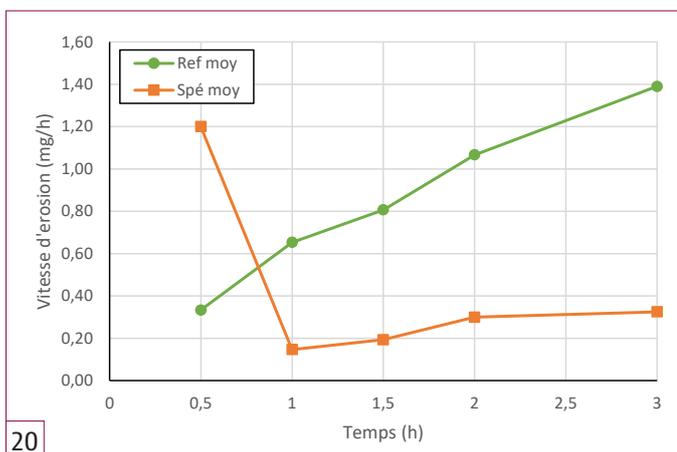
Perte de masse lors de l'essai de cavitation sur le traitement de carbonituration classique (Référence) et le traitement de carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle (Spécial).

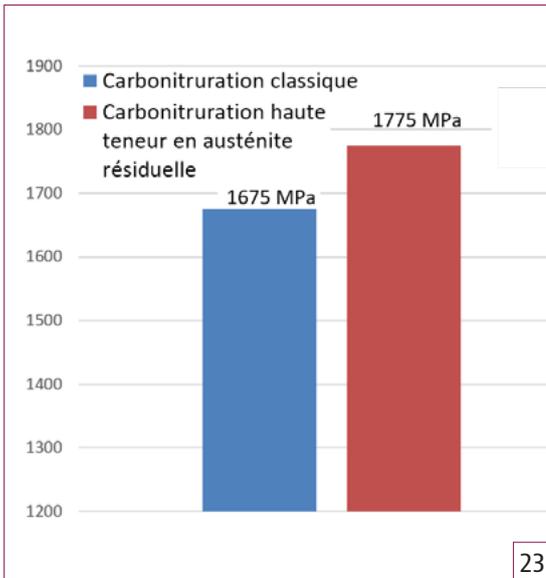


**Figure 22:** Epreuve de flexion 4 points.

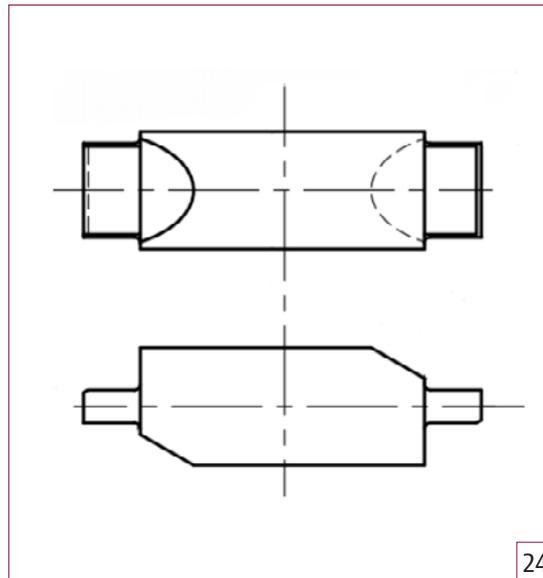
Les éprouvettes carbonitrurées à haute teneur en austénite résiduelle ont subi un grenailage de précontrainte. Les résultats ont été comparés à une carbonituration classique à 20%  $\gamma_r$  (évaluation par DRX). Les essais ont été réalisés sur 3 éprouvettes à 2 tétons pour chaque traitement.

La force nécessaire pour rompre l'éprouvette passe de 52,5 kN à 57,4 kN. Le gain obtenu avec la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle est supérieur





23



24

**Figure 23**  
Limite d'endurance lors d'essais de fatigue en flexion 4 points.

**Figure 24**  
Eprouvettes utilisées pour réaliser l'essai Brügger.

à 9,3%. Cela confirme la très bonne tenue à l'endommagement de la carbonituration à haute teneur en austénite résiduelle.

**CONCLUSIONS**

Le traitement de carbonituration basse pression à haute teneur en austénite résiduelle mis au point par l'IRT M2P a permis une amélioration des performances par rapport à une carbonituration classique.

La teneur maximale obtenue est de 60% d'austénite à 0,1 mm de profondeur.

La mise en compression est significative après grenailage de précontrainte de l'ordre de -1 GPa.

Un des enjeux de ces traitements est de vérifier que l'austénite ait une stabilité suffisante en service, que ce soit sous l'effet de la déformation ou de la température. La stabilité de l'austénite est bonne sous contraintes mécaniques de traction jusqu'à environ 1100 MPa. On note une évolution après un premier cycle de refroidissement à -50°C et une stabilité ensuite au cours de cycles successifs. La stabilité après des cycles

de chauffages successifs est moins bonne. C'est probablement la conséquence d'une teneur et d'une profondeur de diffusion en azote insuffisantes.

Des caractérisations par nanoindentation et par EBSD permettent de mieux visualiser les propriétés des différentes phases. L'EBSD ne permet cependant pas de doser avec précision l'austénite résiduelle à cause d'une faible indexation et de la non prise en compte de petits grains et de lamelles d'austénite de quelques dizaines de nanomètres logées entre les lattes de martensite que les analyses au MET ont pu mettre en évidence.

La tenue en fatigue en flexion 4 points sur des éprouvettes simulant les contraintes supportées par les engrenages passe de 1675 à 1775 MPa. La résistance à l'endommagement évaluée avec l'essai Brügger augmente de 9,3%. Ces 2 valeurs indiquent que les performances atteintes sont d'un très haut niveau et confirme tout l'intérêt de ce type de traitement pour l'industrie.

Les essais de frottement et les essais de cavitation montrent une diminution de l'usure et de l'endommagement par rapport au traitement classique. ■

**SOURCES BIBLIOGRAPHIQUES**

<sup>[1]</sup> Retained austenite : New look of an old debate. PARRISH

<sup>[2]</sup> Advantages and shortcomings of retained austenite in bearing steels : A review. Siddorof

<sup>[3]</sup> Advanced Multi phase microstructure investigation of carbonitrided samples. M. Steinbacher

<sup>[4]</sup> Thermal and mechanical stability of retained austenite surrounded by martensite with different degrees of tempering. Hidalgo.

<sup>[5]</sup> Retained austenite stabilization. Stratton

<sup>[6]</sup> Influence of retained austenite on short fatigue crack growth and wear resistance of case carburized steel. Da Silva

<sup>[7]</sup> Effect of retained austenite on impact toughness and fracture behavior of medium carbon submicron structured bainitic steel. Zhou

<sup>[8]</sup> Discontinuous profile grinding of multi-phase, case-hardened gears with improved load-carrying capacity. P. Saddei

<sup>[9]</sup> Detailed metallographic analysis of the surface layer structure of carbonitrided case hardening steels after varied tempering treatments. P. Saddei

<sup>[10]</sup> Local deformation and transformation behavior of retained austenite in 18CrNiMo7-6 after high carbon carburizing treatment. Pöhl.

<sup>[11]</sup> Characterization of retained austenite in case carburized gears and its influence on fatigue resistance. Abudaia

<sup>[12]</sup> Role of cyclic stability of retained austenite in fatigue performance of carburized 14NiCr11 steel. Jeddi

<sup>[13]</sup> Case hardening by carbo austempering a short introduction to transformation kinetics microstructure and residual stresses. M.Steinbacher

<sup>[14]</sup> Carbonituration basse pression à haute teneur en austénite résiduelle. Méthodologie de mise au point du traitement. J. Dulcy, D. Marechal, J. Valette, M. Buvron

<sup>[15]</sup> Norme NF EN 15305 : Méthode d'essai pour l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction X.

<sup>[16]</sup> Doser rapidement l'austénite résiduelle avec précision. F. Convert et B. Miege. Rayons X et matière. Les Éditions de Physique

<sup>[17]</sup> Comparison of different methods for measuring strain induced martensite content in austenitic steels, J. Talonen, P. Aspegren, and H. Hanninen, Materials Science And Technology, vol. 20, no. 12, pp. 1506 { 1512, 2004.