



### **Science Arts & Métiers (SAM)**

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers ParisTech researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <https://sam.ensam.eu>  
Handle ID: <http://hdl.handle.net/10985/10864>

#### **To cite this version :**

Laurent BARRALLIER, Sébastien JEGOU - Traitement de nitruration et durabilité des pièces mécaniques - In: Xème Conférence Internationale : Conception et Production Intégrées, Maroc, 2015-12-02 - Proceedings of Xème Conférence Internationale : Conception et Production Intégrées - 2015

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : [archiveouverte@ensam.eu](mailto:archiveouverte@ensam.eu)



# Traitement de nitruration et durabilité des pièces mécaniques

Laurent Barrallier, Sébastien Jégou

Laboratoire MSMP

Arts et Métiers ParisTech

2, cours des Arts et Métiers

Email : laurent.barrallier@ensam.eu – sebastien.jegou@ensam.eu

**Résumé**—Le traitement thermochimique de nitruration est un traitement de surface permettant d'améliorer la durée de vie en fatigue des pièces traitées. Les dernières avancées dans ce domaine permettent de définir les paramètres technologiques du procédé en fonction des caractéristiques mécaniques en fatigue recherchées. Ce papier permet de parcourir l'ensemble des phénomènes physicochimiques (diffusion, précipitation, mécanique des matériaux) mis en jeu dans le traitement de nitruration, leurs modélisations multiéchelles et leurs limitations.

## I. NITRURATION DES ACIERS DE CONSTRUCTION

Les traitements thermochimiques sont, entre autres, utilisés pour améliorer la durée de vie en fatigue des pièces mécaniques fortement sollicitées mécaniquement. Pour les aciers de construction, les traitements de cémentation (diffusion du carbone) ou de carbonitruration (diffusion de l'azote et du carbone) peuvent être utilisés lorsque les températures de fonctionnement ne sont pas très élevées. En effet, les microstructures obtenues peuvent évoluer (effet de revenu basse température dès 150°C-200°C) en service. Le traitement de nitruration permet d'obtenir des microstructures stables pour des températures bien supérieures (jusqu'à 450°C-500°C) avoisinant la température de traitement. Ce traitement permet également de réduire les reprises d'usinage (finition, super-finition) absolument nécessaires pour les pièces fortement sollicitées superficiellement (engrenages, pistes intégrées de roulement,...), l'absence d'opération de trempe réduisant les déformations des pièces.

La nitruration consiste à faire diffuser à l'état solide de l'azote généralement depuis un milieu nitrurant gazeux (ammoniac) ou ionique (azote diatomique avec ou sans hydrogène). Les milieux nitrurant gazeux sont les plus utilisés industriellement sous ammoniac  $\text{NH}_3$  avec ou sans dilution à l'azote. Le potentiel de nitruration  $K_n = \frac{p_{\text{NH}_3}}{p_{\text{H}_2}^{3/2}}$  est réglé par la pression partielle d'ammoniac qui se dissocie à la surface de l'acier pour donner de l'azote monoatomique qui diffusera dans la matrice ferritique. Dans le cas des aciers faiblement alliés, cette diffusion s'accompagne également d'une co-diffusion (ou rétrodiffusion) du carbone [1]. Durant le processus de diffusion se produit des transformations de phases (dissolution des carbures de revenu, formation de nitrides et de carbures) générant ainsi des gradients de propriétés mécaniques (augmentation de la dureté, génération de contraintes résiduelles) en surface des pièces traitées [2]. La figure 1 montre une microstructure type

d'un acier faiblement allié nitruré. Le matériau de base est à l'état trempé-revenu c'est à dire une matrice ferritique avec des carbures de types  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  ( $\text{M}=\text{Cr},\text{Fe}$ ),  $\text{M}_7\text{C}_3$  ( $\text{M}=\text{Cr},\text{Fe}$ ) et/ou VC suivant la composition de l'acier. Dans la couche nitrurée se forme des nitrides globulaires de type MN ( $\text{M}=\text{Cr},\text{Fe}$ ) incohérents avec la matrice ferritique. Les carbures de revenu initiaux se transforment en nitrides globulaires, le carbone diffusant alors au joints de grains pour former de la cémentite alliée  $\text{M}_3\text{C}$  ( $\text{M}=\text{Cr},\text{Fe}$ ). Ce mécanisme explique la diffusion couplée de l'azote et du carbone. Il se forme également des nitrides semi-cohérents de type également MN ( $\text{M}=\text{Cr},\text{V},\text{Mo}$ ) à partir des éléments d'addition présents en solution solide dans la matrice ferritique.

Les nitrides MN formés ayant des tailles inférieures à celle des carbures initiaux, la dureté de la couche nitrurée est alors supérieure à celle du matériau de base. La génération des contraintes résiduelles est liée à la variation de volume créée par les différentes transformations de phases lors du processus de co-diffusion du carbone et de l'azote. Le tableau I donne le volume massique des différentes phases présentes dans la couche nitrurée et le matériau de base dans le cas d'un acier de nuance 32CrMoV13. Le volume massique des précipités MN étant plus important que celui de la matrice ferritique avec les carbures de revenu, génère lors de leur précipitation, une variation de volume positive. Cette variation de volume se produit alors que le matériau de base impose une déformation nulle, des contraintes de compression apparaissent dans la couche nitrurée. Par équilibrage mécanique qui est fonction de la géométrie de la pièce, des contraintes de traction apparaissent alors hors de la couche nitrurée.

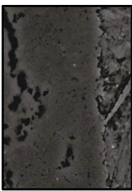
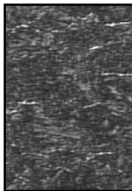
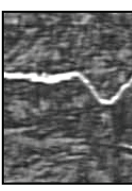
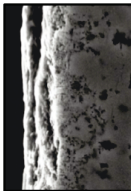

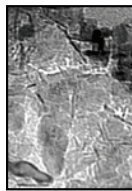
La figure 2 donne un exemple d'un profil de dureté d'un acier de nuance 32CrMoV13 nitruré à la température de 520°C durant 55 h pour un potentiel azote  $K_n=3,65$  [3]. Les duretés sont généralement doublées dans la couche nitrurée par rapport au matériau de base. Les contraintes résiduelles de compression affectent la totalité de la couche nitrurée. L'amplitude des contraintes dépend des paramètres de nitruration ( $T$ ,  $t$  et  $K_n$ ) [4].

## II. SIMULATION DE LA NITRURATION

La simulation du processus de diffusion et de précipitation permet, suivant les paramètres du procédé, de prédire les

FIGURE 1. Micrographie d'une couche nitrurée d'une acier faiblement allié.

TABLE I  
VOLUME MASSIQUE DES DIFFÉRENTES PHASES CRISTALLINES PRÉSENTES DANS UN ACIER FAIBLEMENT ALLIÉ NITRURÉ.

Phase	Fe <sub>3</sub> N	α-Fe	Fe <sub>3</sub> C	Fe <sub>4</sub> N	Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> /Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	CrN	
Microstructure							
Volume massique	125,8	127,1	130,4	138,9	144,9/145,4	161,3	cm <sup>3</sup> .kg <sup>-1</sup>

profils de concentrations en azote et carbone et les modifications mécaniques des surfaces traitées (dureté et contraintes résiduelles) [5] [6].

#### A. Diffusion/précipitation

La modélisation de la diffusion est basée sur les lois de Fick en ne considérant que la diffusion des éléments légers (azote, carbone) dans la matrice ferritique. Les limites de solubilité de ces deux éléments dans la ferrite sont faibles mais pas nulle. Un calcul thermodynamique permet à chaque pas de calcul temporel de connaître en fonction de la quantité d'azote, de carbone et la composition de l'acier les transformations de phases (création de nitrures, dissolution de carbures, ...) à chaque profondeur. C'est un calcul à l'équilibre thermodynamique qui ne prend pas en compte les cinétiques de transformation. L'approche thermodynamique utilise le logiciel Thermo-Calc® avec la base de données TCFE7®. La couche de combinaison n'est pas modélisée, elle fixe cependant la condition aux limites en concentration en azote. Le calcul est réalisé par différence finie suivant une seule dimension (massif semi-infini). Les conditions initiales choisies correspondent à la composition de l'acier nitruré. La figure 3a schématise les profils d'azote et de carbone que l'on trouve dans les couches nitrurées. On remarque une diminution de la quantité de carbone en surface et une augmentation au niveau du front de diffusion de l'azote. La figure 3b schématise la répartition massique des phases présentes dans la couche nitrurée. La quantité d'azote, à peu près constante dans la couche nitrurée (1 à 1,2% massique [7]), induit une faible variation de la

fraction massique de nitrures MN. En proche surface la quantité de cémentite allié M<sub>3</sub>C diminue généralement par un effet de « décarburation » de la couche nitrurée. Ce n'est pas réellement une décarburation car une partie du carbone initialement présent a été entraîné vers le cœur du matériau par le front de diffusion de l'azote.

#### B. Dureté

La cémentite allié précipitant aux joint de grains n'influe pas sur la dureté des couches nitrurées. Seules les précipités de type MN semi-cohérents ou globulaires en chapelet sont à l'origine de ce durcissement [2]. La modélisation de la dureté peut être effectuée en considérant la taille des précipités MN qui peuvent être contournés (contrainte de contournement  $\tau_{\text{cont}}$ ) ou cisillés (contrainte de cisaillement  $\tau_{\text{cis}}$ ) :

$$\tau_{\text{cont}} = \frac{Gb}{\lambda} \quad [8] \quad (1)$$

$$\tau_{\text{cis}} = \frac{2\gamma_p R_s}{b\lambda} \quad [9] \quad (2)$$

avec  $G$  le module de cisaillement de la ferrite,  $b$  le vecteur de Burgers,  $\gamma_p$  l'énergie d'interface ferrite/précipité,  $R_s$  le rayon planaire moyen des précipités dans le plan de glissement et  $\lambda = 1,18 \left( \frac{\pi}{6y_p} \left( 1 + \frac{\sigma_a^2}{d_a^2} \right) \right)^{1/2} \bar{d}_a$  où  $\bar{d}_a$  est la valeur moyenne de la distribution des diamètres des précipités,  $\sigma_a^2$  son écart-type et  $y_p$  sa fraction volumique [10]. Locquet [2] a montré dans le cas d'un acier 32CrMoV13 nitruré que la taille des nitrures semi-cohérents et globulaires était de l'ordre

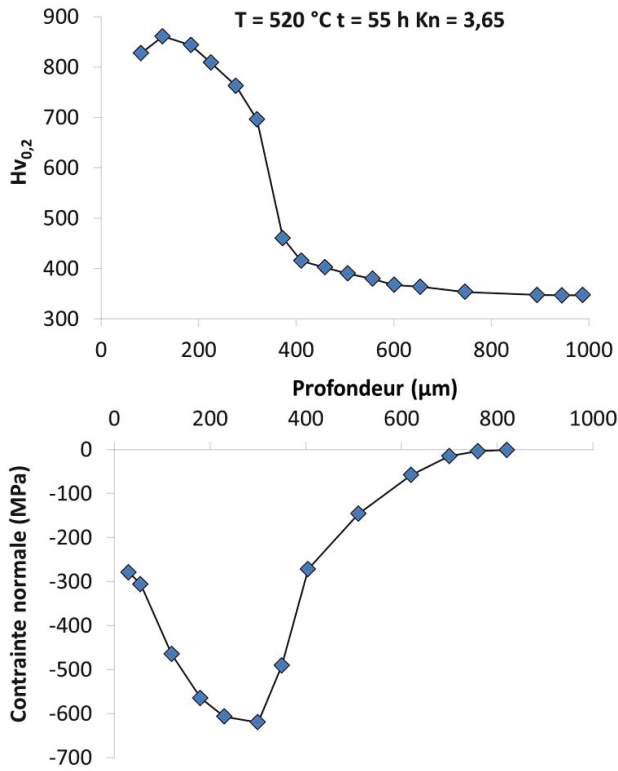


FIGURE 2. Profil de microdureté et de contraintes résiduelles (analyse effectuée par diffraction des rayons X dans la phase ferritique) pour un acier de nuance 32CrMoV13 nitruré par voie gazeuse [3].

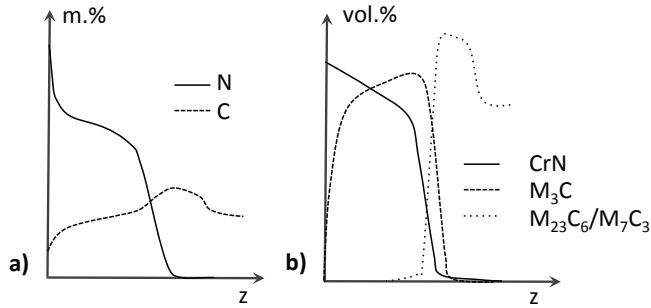


FIGURE 3. Schématisation de la nitruration : a) gradients d'azote et de carbone, b) gradients de phases liées à la précipitation et aux équilibres thermodynamiques locaux.

de 9-11 nm quelque soit la profondeur, seule leur fraction volumique évoluant avec la profondeur. Dans le cas des aciers, les propriétés mécaniques peuvent être reliées via la limite d'élasticité  $\sigma_e$  à la dureté Vickers  $H$  par la relation de Tabor [11] :

$$H = a\sigma_e \quad (3)$$

avec  $a = 0,4$  pour les aciers nitrurés [2]. Il est alors possible d'avoir une relation entre dureté et propriétés mécaniques.

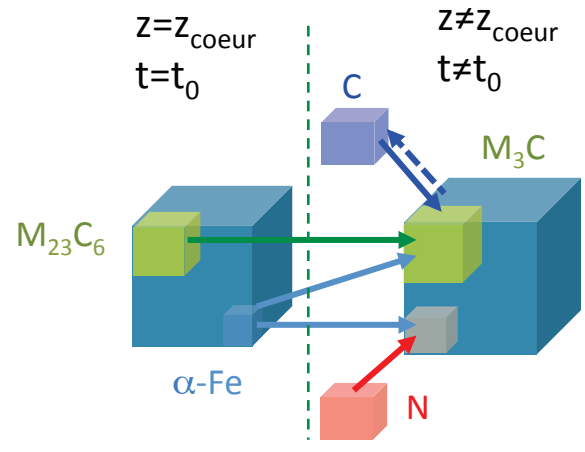


FIGURE 4. Schématisation de la variation de volume générée lors du traitement de nitruration.

### C. Contraintes résiduelles

La génération des contraintes résiduelles de compression est due aux déformations libres  $\epsilon^f$  de contraintes qui surviennent lors du traitement de nitruration :

- La variation de volume  $\frac{\Delta V}{V}|^{tr}$  causée par différents phénomènes se produisant durant la co-diffusion du carbone et de l'azote (figure 4) :
  - modification de la composition des phases comme la solubilité du carbone et de l'azote dans la matrice ferritique et la composition en éléments d'alliage dans les précipités de type MN, M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> ou M<sub>3</sub>C ;
  - précipitation des phases MN et M<sub>3</sub>C depuis les éléments d'alliage contenus dans la ferrite ou/et des carbures de type M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> ;
  - transformation des carbures de revenu de type M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, VC ou M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>.
- La variation de volume  $\frac{\Delta V}{V}|^{th}$  d'origine thermique entre la température de nitruration (500-560°C) et la température ambiante liée à la différence de coefficient de dilatation  $\alpha$  entre phases. Cette déformation est négligeable.
- Les déformations plastiques  $\epsilon^p$  dues au comportement élastoplastique de la ferrite à la température de nitruration. Ce comportement est fonction de la composition de la ferrite, les précipités ayant un comportement purement élastique [12].

Dans la simulation des contraintes de nitruration il convient de distinguer les grandeurs tensorielles locales relatives à une phase cristalline  $\phi_i$  et notées  $\underline{T}_{\phi_i}$  des grandeurs macroscopiques tensorielles notées  $\hat{T}$ . Pour chaque volume élémentaire de la pièce nitrurée, les déformations totales macroscopiques  $\hat{\epsilon}$  sont reliées aux déformations élastiques  $\hat{\epsilon}^e$  et aux déformations libres de contraintes  $\hat{\epsilon}^l$  par la relation :

$$\hat{\epsilon} = \hat{\epsilon}^e + \hat{\epsilon}^l \quad (4)$$

Les déformations libres de contraintes qui ne sont pas dues aux champs des contraintes macroscopiques  $\hat{\underline{\sigma}}$  peuvent être en déformations moyennes déviatoriques ou plastiques  $\hat{\underline{\epsilon}}^p$  et déformations sphériques ou volumiques  $\hat{\underline{\epsilon}}^v$  :

$$\hat{\underline{\epsilon}}^l = \hat{\underline{\epsilon}}^p + \hat{\underline{\epsilon}}^v \quad (5)$$

Localement les déformations totales macroscopiques doivent être compatible entre elles, les équations de compatibilités traduisent ces conditions :

$$\text{rot}(\text{rot}(\hat{\underline{\epsilon}})) = \underline{0} \quad (6)$$

L'équilibre mécanique du volume considéré doit être respecté (condition sur les contraintes macroscopique) :

$$\overrightarrow{\text{div}}(\hat{\underline{\sigma}}) = \overrightarrow{0} \quad (7)$$

Le matériaux étant polyphasé, il est possible de relier les contraintes macroscopiques au contraintes locales  $\underline{\sigma}_{\phi_i}$  et les déformations totales macroscopiques au déformations totales locales  $\underline{\epsilon}_{\phi_i}$  en pondérant les valeurs par la fraction volumique  $y_i$  de la phase ou constituant mécanique considérée :

$$\hat{\underline{\sigma}} = \sum_{i=1}^{i=n} y_i \underline{\sigma}_{\phi_i} \quad \text{et} \quad \hat{\underline{\epsilon}} = \sum_{i=1}^{i=n} y_i \underline{\epsilon}_{\phi_i} \quad (8)$$

Cette moyenne ne peut pas s'appliquer au déformation élastiques et aux déformations libres de contraintes. Il convient de respecter localement la compatibilité des déformations. Plusieurs approches sont possible, l'une d'elle est basée sur l'approche d'Eshelby et Kröner qui permet de faire la transition d'échelle [13] :

$$\underline{\epsilon}_{\phi_i}^e = (\underline{I} + \underline{U}_i) \hat{\underline{\epsilon}}^e + (\underline{I} + \underline{U}_i)(\underline{I} - \underline{W}^{-1})(\hat{\underline{\epsilon}}^l - \underline{\epsilon}_{\phi_i}^l) \quad (9)$$

où  $\underline{U}_i$  est le tenseur de polarisation qui dépend des tenseurs d'élasticité des phases cristallines,  $\underline{W}$  le tenseur d'Eshelby qui tient compte de la forme des inclusions (phases cristallines). Localement il est possible de relier les déformations totales, libres de contraintes, déviatoriques ou plastiques et sphériques ou volumiques :

$$\underline{\epsilon}_{\phi_i}^l = \underline{\epsilon}_{\phi_i}^v + \underline{\epsilon}_{\phi_i}^p \quad \text{et} \quad \underline{\epsilon}_{\phi_i} = \underline{\epsilon}_{\phi_i}^e + \underline{\epsilon}_{\phi_i}^l \quad (10)$$

Les caractéristiques élastiques locales des phases considérées sont également prises en compte au travers du tenseur d'élasticité  $\underline{C}_{\phi_i}$  :

$$\underline{\sigma}_{\phi_i} = \underline{C}_{\phi_i} \underline{\epsilon}_{\phi_i}^e \quad (11)$$

Si le comportement local de la phase cristalline n'est pas purement élastique, il convient d'avoir une loi de comportement plastique  $g_{\phi_i}$  liant contraintes et déformations plastiques :

$$\underline{\sigma}_{\phi_i} = g_{\phi_i}(\underline{\epsilon}_{\phi_i}^p) \quad (12)$$

La résolution du système d'équations composé des équations 4,5,6,7,8,9,10,11,12 permet de déterminer les contraintes

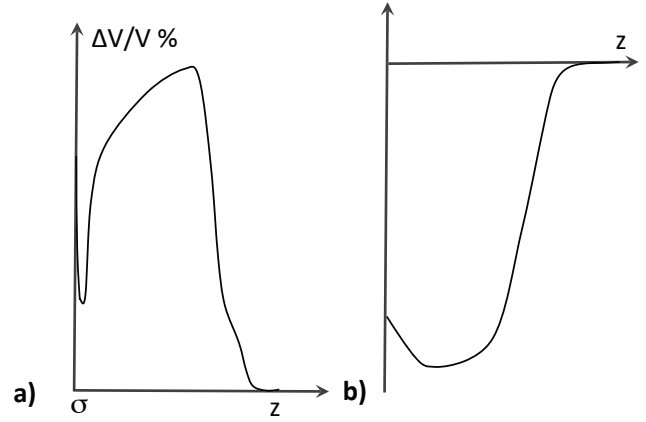


FIGURE 5. Schématisation de la nitruration : a) gradient de variation de volume  $\frac{\Delta V}{V} |^{tr}$  liée aux transformations de phases, b) gradient de contraintes liée à la variation de volume.

résiduelles locales et macroscopiques en fonction des déformations volumiques  $\frac{\Delta V}{V} |^{tr}$  et  $\frac{\Delta V}{V} |^{th}$ , des éventuels comportements élastoplastiques et de la géométrie de la pièce. La figure 4 schématise l'effet de l'évolution de la microstructure sur la variation de volume. Le calcul de la variation de volume tenant compte de la co-diffusion du carbone et de l'azote dépend des variations de volume local pondérées par les fractions volumiques des différentes phases [6]. L'implémentation a été réalisée en considérant un comportement purement élastique des précipités (carbures et nitrures) et un comportement élastoplastique de la ferrite dans le cas d'un massif semi-infini. La figure 5a schématise le gradient des déformations de transformation en fonction de la profondeur et la figure 5b le profil des contraintes résiduelles correspondant.

Ce type de modélisation permet de modéliser les transformations de phases et le couplage mécanique correspondant comme le montre la figure 6 dans le cas d'un acier de nuance 32CrMoV13 nitruré 30 h à 550°C pour une profondeur de 240  $\mu\text{m}$ . La figure 6a donne la cinétique de transformation des phases, on remarque bien que le front de diffusion de l'azote modifie très sensiblement la répartition des phases entre 8 et 12 h après le début de la nitruration. La variation de volume correspondante (figure 6b) n'est pas monotone, elle dépend de la fraction volumique totale des précipités et de leurs volumes massiques (tableau I). L'état de contraintes final dépend donc bien du chargement mécanique qui n'est pas forcément un chargement mécanique monotone.

Le couplage entre les processus de diffusion/précipitation doit donc être fait à chaque pas de temps. Néanmoins pour simplifier le calcul, il est possible de réaliser le couplage mécanique qu'après l'étape de diffusion/précipitation. La figure 7 donne un exemple de résultats obtenus pour un acier de nuance 32CrMoV13 nitruré 96 h à 560°C. Les contraintes résiduelles macroscopiques ont une intensité environ deux fois supérieure aux contraintes résiduelles dans la phase ferritique. Les résultats de simulation ont été comparés à des analyses

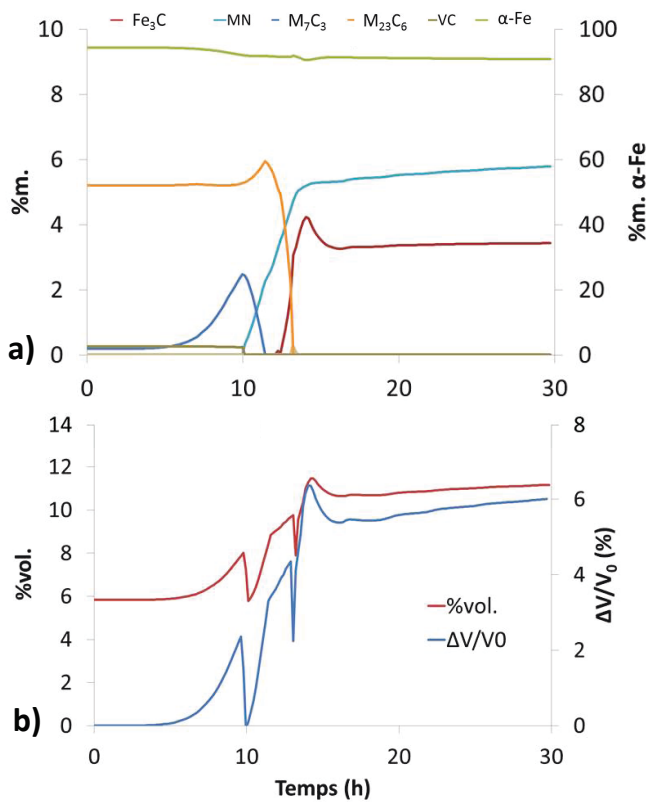


FIGURE 6. Simulation de la cinétique de génération des contraintes à une profondeur de  $240 \mu\text{m}$  pour un acier de nuance 32CrMoV13 nitruré 30 h à  $550^\circ\text{C}$  [3] : a) évolution des transformations de phases, b) évolution de la variation de volume et du volume total de précipité.

par diffraction des rayons X pour ce qui est des contraintes résiduelles dans la ferrite et à la méthode du trou incrémental pour les contraintes macroscopiques. L'origine des écarts observés vient du découplage entre les calculs mécaniques et les calculs de diffusion/précipitation. Le fait de ne pas prendre en compte l'évolution dans le temps du chargement mécanique (charge, décharge) est bien plus critique en proche surface où cet effet est encore plus marqué.

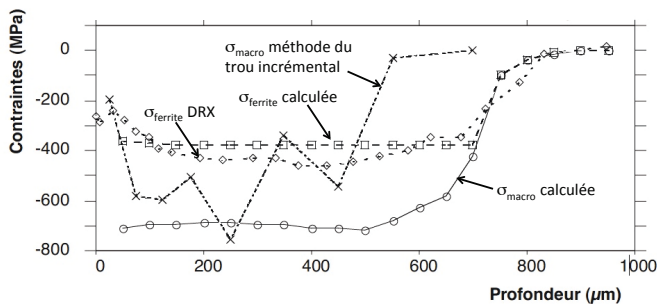


FIGURE 7. Comparaison entre les contraintes résiduelles macroscopiques (simulation et méthode du trou incrémental) et les contraintes résiduelles dans la ferrite (simulation et méthode par diffraction des rayons X [5]).

Les contraintes résiduelles de nitruration sont stables thermiquement jusqu'à des températures relativement importantes

mais inférieure aux températures de nitruration. C'est une raison du choix de ce traitement dans le cas des boîtes de transmission où les températures peuvent dépassées  $200^\circ\text{C}$ . Sous l'effet d'un chargement mécanique répété (fatigue de contact par exemple) il peut y avoir des modifications microstructurales générant des modifications locales de comportement mécanique (augmentation de la dureté par exemple). La figure 8 montre l'effet d'un chargement cyclique obtenu par indentation multiple contrôlée sur un acier de nuance 32CrMoV13 (figure8a). Les observations par microscopie électronique à transmission montre les nitrures semi-cohérents MN cisailés (figure8b) [14].

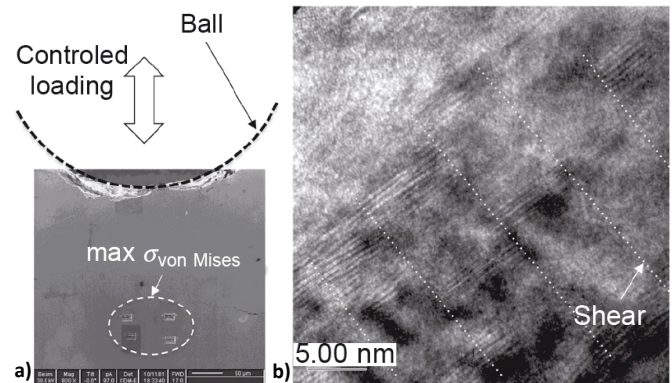


FIGURE 8. Effet d'un chargement cyclique sur la microstructure des couches nitrurées : a) position des lames minces (TEM) au maximum des contraintes de Hertz, b) cisaillement des nitrures semi-cohérents MN du aux mouvements des dislocations [14].

### III. DURÉE DE VIE EN FATIGUE DES COUCHES NITRURÉES

Dans le cas des pièces mécaniques fortement sollicitées, les zones en proche surface sont généralement les zones les plus contraintes. La durée de vie en fatigue dépend du chargement mécanique cyclique et de la résistance à la fatigue du matériaux. La nitruration permet de modifier localement, en proche surface, les propriétés superficielles des pièces traitées (augmentation de la dureté, génération de contraintes résiduelles de compression). La stabilité thermique de ce traitement, jusqu'à des températures relativement importantes ( $400\text{-}450^\circ\text{C}$ ), permet de l'utiliser pour des pièces très fortement sollicitées superficiellement dans le domaine de l'aéronautique ou de l'automobile de compétition (engrenage, arbre de transmission, vilebrequin,...).

Sous sollicitations mécaniques, l'endommagement des aciers est généralement localisé au niveau de concentrateurs de contraintes (sulphures, oxydes,...), joints de grains ou gros précipités [15]. A cause de la dureté importante et des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées, l'initiation des fissures, est généralement localisée dans le matériau de base pour des pièces sans concentration de contraintes. Pour les pièces présentant des concentration de contraintes (courbure locale importante de la surface : rayon de raccordement,... représenté par  $K_t = \sigma_{\text{surface}}/\sigma_{\text{cœur}}$ ) la localisation se produit dans la couche nitrurée ou en extrême surface [16]. Plusieurs travaux

ont montré que la nitruration améliore la durée de vie en fatigue d'aciers de construction [17] [18] [19]. Les opérations (rectification, superfinition) réalisées après la nitruration ont également une influence sur la durée de vie en fatigue [20]. Le type de chargement mécanique est un facteur important. En fatigue oligocyclique et pour un chargement de traction-compression, le bénéfice de la nitruration n'est pas évident, le cœur du matériau étant beaucoup plus chargé que la couche nitrurée, le ratio entre surface nitrurée et non-nitrurée définissant la distribution du champ des contraintes résiduelles [21]. Dans le cas de la fatigue à grand nombre de cycles, lorsque les concentrations de contraintes augmente, la tenue en fatigue en flexion augmentent en comparaison avec un matériau non nitruré. La figure 9 montre schématiquement les courbes de Wöhler (contrainte appliquée - nombre de cycles à la rupture) pour des échantillons nitrurés et non nitrurés avec  $K_t$ . Pour des nitrurations profondes, la courbe de Wöhler est déplacée vers les hauts niveaux de contraintes et les grands nombres de cycles à la rupture.

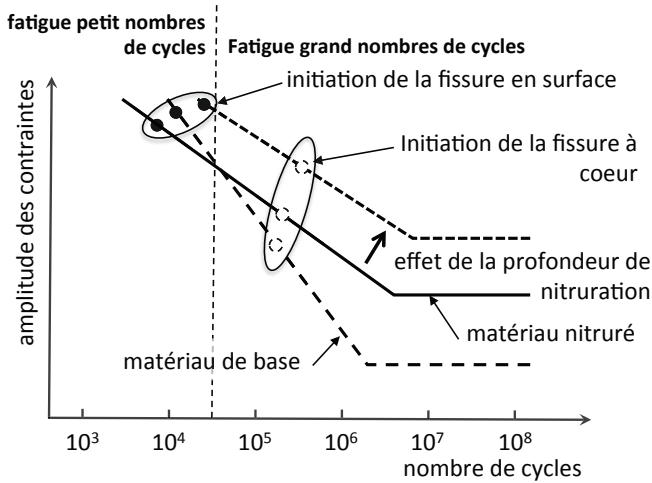


FIGURE 9. Schématisation de la courbe de Wöhler pour un acier non nitruré et nitruré, effet de la profondeur nitrurée.

Les courbes de Wöhler peuvent être tracées pour différentes probabilités  $p$  à la rupture, différents rapports de charge  $R_\sigma = \sigma_{\min}/\sigma_{\max}$  où  $\sigma_{\max}$  et  $\sigma_{\min}$  sont respectivement les contraintes appliquées maximale et minimale.

La fatigue à grand nombre de cycles peut être étudié en utilisant des critères de fatigue. Le critère uniaxial basé sur le diagramme de Goodman-Gerber peut être utilisé pour expliquer l'effet de la dureté des couches nitrurées sur la limite de fatigue [22]. Ce type d'approche ne permet pas d'expliquer l'effet des contraintes résiduelles. Avec des critères de fatigue triaxiaux comme celui de Crossland [23] ce type d'effet peut être pris en compte [24]. Il est alors concevable pour une utilisation donnée d'une pièce mécanique (chargement, durée de vie,...) de définir les paramètres de nitruration optimums tout en envisageant d'adapter la composition de la nuance de l'acier utilisé.

## IV. SIMULATION DE LA DURÉE EN FATIGUE DE PIÈCES NITRURÉES

### A. Méthodologie

L'utilisation du critère de fatigue de Crossland suppose qu'en tout point de la pièce considérée les contraintes appliquées  $\underline{\sigma}$  sont de simple fonction du temps (variation en phase des composantes des contraintes) :

$$\underline{\sigma}^a(t) = \underline{\sigma}^M + \underline{\sigma}^{\text{alt}} f(t) \quad (13)$$

où  $\underline{\sigma}^M$  est le tenseur des contraintes moyennes indépendantes du temps. Le tenseur  $\underline{\sigma}^{\text{alt}}$  représente les contraintes alternées et  $f(t)$  une fonction du temps avec un minima et un maxima (du type  $\sin \omega t$ ). Le diagramme de Crossland est basé sur le tracé des contraintes alternées de Mises  $\sigma_M^{\text{alt}} = \left(\frac{3}{2} \text{tr}(\underline{\sigma}_D^{\text{alt}2})\right)^{1/2}$  en fonction de la pression hydrostatique maximale  $p_H = \frac{1}{3} \text{Max}(\text{tr}(\underline{\sigma}^a))$  où  $\text{tr}(\underline{\sigma}^a) = \sigma_{11}^a + \sigma_{22}^a + \sigma_{33}^a$ . L'effet de la pression hydrostatique sur l'initiation des fissures et ses propagations est pris en compte avec ce critère. Suivant le comportement mécanique des matériaux il est possible d'utiliser d'autres critères de fatigue triaxiaux (Dang Van,...) avec une approche similaire. La figure 10 représente le critère de fatigue dans le plan  $(\sigma_M^{\text{alt}} - p_H)$ . La droite de Crossland du matériaux de base peut être déterminée en utilisant deux ou plusieurs courbes de Wöhler avec des rapports de charge différents. En général, des essais de fatigue en flexion rotative ( $R_\sigma = -1$ ,  $\frac{\sigma_M^{\text{alt}}}{p_H} = \frac{1}{3}$ ) et en torsion pure alternée sont effectués avec un ou plusieurs essais en flexion répétés ( $R_\sigma > 0$ ). En effet pour un grand nombre de matériaux, les points représentatifs des chargements limites se trouvent d'une façon remarquable alignés suivant une droite pour des chargements mécaniques où la pression hydrostatique n'est pas trop importante. L'aire sous la droite de Crossland représente alors les chargements mécaniques n'induisant pas de rupture pour un nombre de cycles à la rupture  $N_r$  et une probabilité  $p$  donnés.

Pour les matériaux nitrurés, le comportement mécanique de la couche nitrurée étant différentes suivant la profondeur, il est nécessaire d'adapter le critère de fatigue en fonction de la distance à la surface. Il est possible de relier la pente de la droite de Crossland à la dureté et à la limite d'élasticité locale du matériau en utilisant la relation 3 (approche de Deperrois [25]). L'effet de la microstructure déplace alors vers les hautes contraintes la droite de Crossland, la pente restant la même [26]. En supposant aucunes contraintes résiduelles, il est alors possible de tracer dans le diagramme de Crossland l'ensemble des points figuratifs du chargement mécanique de la pièce considérée, couche nitrurée comprise. Si les points figuratifs du chargement se situe en dessous de la droite de Crossland (points verts sur la figure 10) il n'y aura pas rupture pour un nombre de cycles à la rupture et une probabilité donnés. Si les points se situent en dessus (points rouges), il y aura rupture avant le nombre de cycles à la rupture de référence. Les contraintes résiduelles macroscopiques  $\sigma^{\text{CR}} =$

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{22} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$
 liés au traitement de nituration peuvent être

ajoutés à l'équation 13 en considérant un tenseur indépendant du temps si l'on néglige leur relaxation. Ceci implique que, dans le plan de Crossland, les contraintes alternées ne sont pas affectées et que seul la pression hydrostatique maximale est modifiée d'une valeur égale à  $\frac{1}{3}(\sigma_{11} + \sigma_{22})$ . Pour des contraintes résiduelles de compression (cas de la nituration) cette valeur est négative, les points figuratifs du chargement mécanique se décalant alors vers la droite. L'amélioration de la durée en fatigue des pièces niturées est clairement due à l'augmentation de la dureté couplée à la génération des contraintes résiduelles de compression dans la couche niturée. Ceci explique également les observations faites sur les initiations des fissures qui s'effectuent en sous-couches lorsque les concentrations de contraintes ne sont pas importantes.

Les traitements post-nituration comme la rectification ou la superfinition peuvent modifier la microstructure des couches niturées (brûlure de rectification par exemple) et générer des contraintes résiduelles ayant alors des effets bénéfiques ou non sur les performances en fatigue. Avec un grenailage de précontraintes après nituration, il est possible d'augmenter de 10% la durée de vie en fatigue d'un acier de nuance 32CrMoV13 [27].

### B. Exemple de simulation

Cette approche permet de calculer en fatigue des pièces mécaniques niturées. Elle demande la connaissance en tout point de la pièce du tenseur des contraintes appliquées  $\underline{\sigma}^a$  en fonction du chargement mécanique et du temps. Il faut alors s'assurer que la relation 13 puisse être appliquée en tout point. Si ce n'est pas le cas (déphasage entre les composantes des contraintes) des méthodes adéquates doivent être utilisées (rainflow par exemple [28]). La figure 11a montre un exemple de résultats de calculs par éléments finis du champ de contraintes au niveau d'un engrenement. La principale difficulté est liée au traitement de nituration qui n'est modélisé que dans le cas d'un massif semi-infini. Si la courbure de la surface n'est pas très importante par rapport à la profondeur affectée par la nituration il est alors possible d'affecter aux points considérés l'état de contraintes résiduel. Ceci est valable pour un rayon de courbure supérieur à dix fois la profondeur affectée par la nituration. Dans le cas contraire, la courbure locale de la surface a une influence sur le processus de diffusion (conditions aux limites) et sur la répartition des contraintes résiduelles correspondantes. Il conviendrait alors d'avoir un outil de simulation complet de la nituration permettant d'introduire la géométrie de la pièce [29].

La méthodologie présentée peut être alors utilisée, un diagramme de Crossland doit être tracé pour chaque point représentatif. La figure 11b donne l'évolution du nombre de cycles à la rupture en fonction de la profondeur (axe défini à la figure 11a) et de la probabilité à la rupture [30]. Dans cet

exemple on remarque qu'il faut une probabilité à la rupture de 0,10% pour avoir une rupture dans la couche niturée.

## V. CONCLUSION

Le type d'approche présenté dans ce travail (couplage diffusion/précipitation/mécanique/fatigue), permet pour un jeu de paramètres de nituration (T, t,  $K_n$ ), une géométrie et un chargement mécanique cyclique donnés d'estimer la durée de vie d'une pièce mécanique. Elle est intéressante pour permettre une optimisation du procédé de nituration vis à vis de la durée de vie en fatigue. L'ensemble du processus peut être résumé à la figure 12. L'approche multiphysique retenue permet d'appliquer cette approche pour un très grand nombre d'aciers faiblement alliés en limitant les essais de qualifications du procédé. Il reste cependant des améliorations à apporter notamment pour ce qui concerne :

- la modélisation de la nituration :
  - par la prise en compte de la cinétique de nituration :
    - pour calculer la taille des précipités formés (nitrides MN,...) afin d'améliorer la prédiction des profils de duretés. Des modèles de type LSW [31] en considérant la diffusion locale existent et peuvent être appliqués au cas de la nituration.
    - dans le calcul mécanique (couplage diffusion/précipitation/mécanique). Cette étape est nécessaire pour rendre compte des chargements mécaniques locaux lors de la précipitation qui ne sont pas strictement monotone (figure 7). Le modèle autocohérent permettant le changement d'échelle peut être modifié à l'image de ce que l'on retrouve dans la modélisation du comportement des aciers TRIP [32].
  - en ayant une approche 3D de la modélisation. Ceci ne peut se faire qu'avec un couplage entre la diffusion/précipitation et la mécanique mettant en œuvre des méthodes de résolutions par éléments finis afin de prendre en compte la géométrie des pièces étudiées. Une implémentation est en cours de réalisation dans le logiciel de simulation FORGE® [33]. L'optimisation du temps de calcul et le couplage avec les calculs thermodynamiques restent les points clés d'une telle approche.
- l'approche en fatigue :
  - le critère retenu est assez simple, d'autres permettraient de tenir compte :
    - du déphasage éventuel entre les composantes du tenseur des contraintes appliquées. Le critère de Dang Van [34], plus compliqué à implémenter, permet de résoudre cette problématique.
    - du gradient local des contraintes appliquées. Ces gradients peuvent être pris en compte en utilisant des approches de type Papadopoulos [35].
  - l'effet des contraintes résiduelles est majeur dans la fatigue. Reste à comprendre les effets locaux sur l'initiation des fissures, en d'autres termes les contraintes résiduelles à prendre dans l'approche



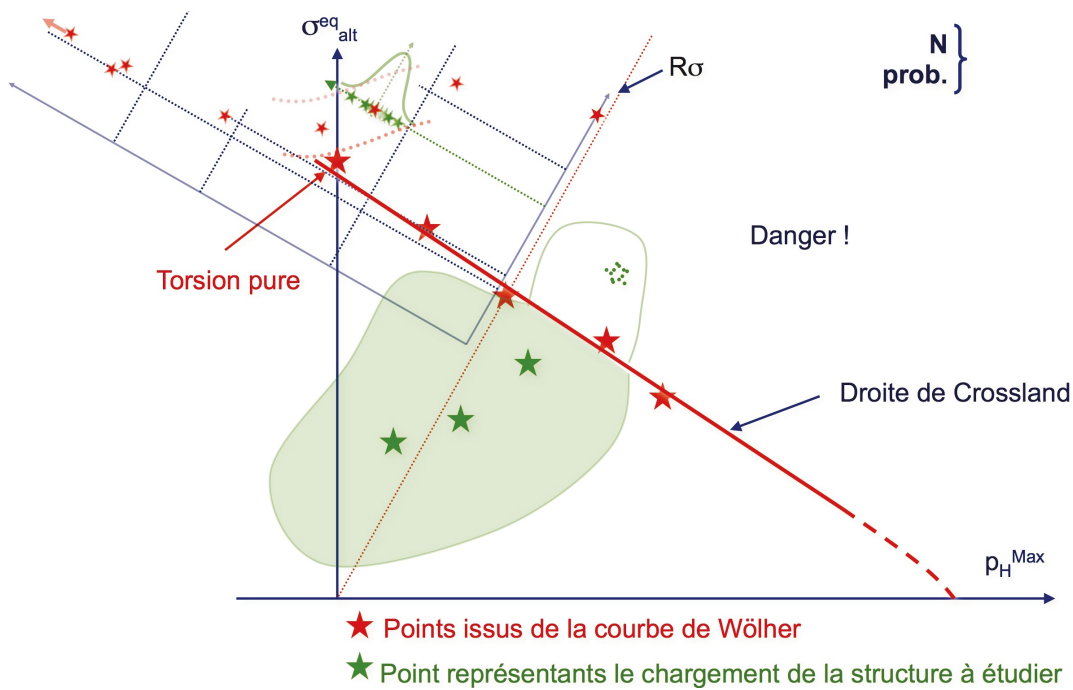
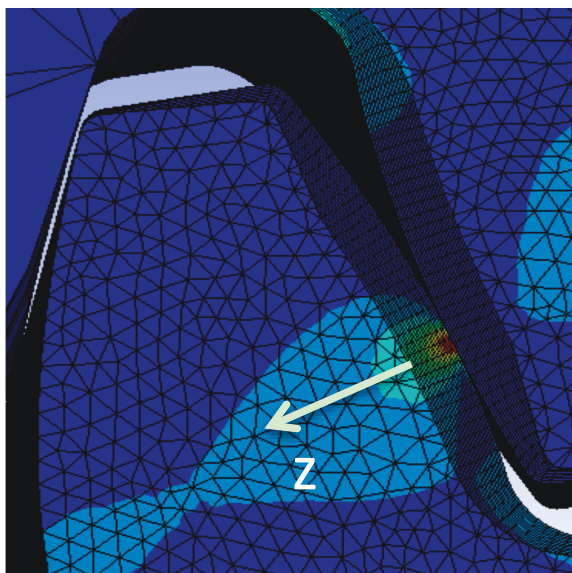
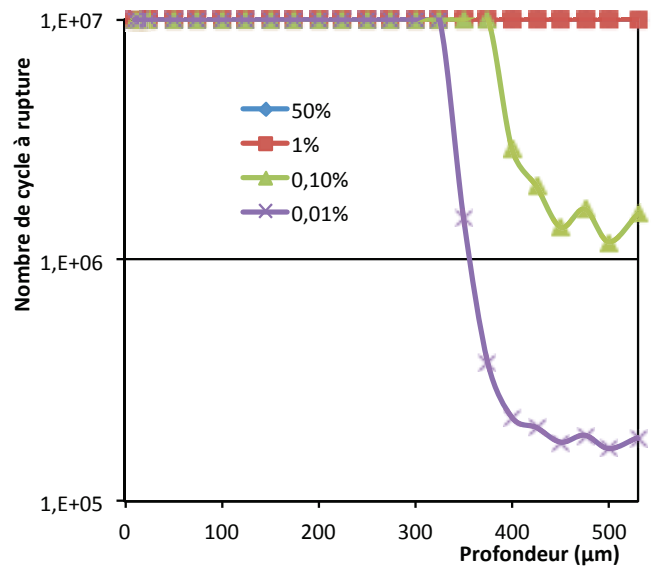


FIGURE 10. Principe du calcul en fatigue, critère de fatigue.



(a) Chargement mécanique sur une dent d'engrenage déterminé par éléments finis.



(b) Nombre de cycles à la rupture en fonction de la profondeur et de la probabilité à la rupture.

FIGURE 11. Durée de vie en fatigue dans le cas d'un contact mécanique. Acier nitruré.

proposée doivent-elles être les contraintes locales (dans la ferrite, les précipités) ou macroscopiques.

- l'effet de la microgéométrie superficielle dans le cas de fatigue de contact. En effet des pics de surcontraintes locaux peuvent survenir suivant la rugosité des surfaces en contact et le type de lubrification utilisés [36].

Cette méthodologie peut être utilisée pour d'autres traitements de surface thermochimique ou mécanique. Elle est mise en œuvre dans le cas du grenailage de précontrainte d'un acier TRIP utilisé en construction automobile [37].

#### REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier J.N. Locquet, M. Chaussumier, V. Goret et G. Fallot qui ont fortement contribué dans

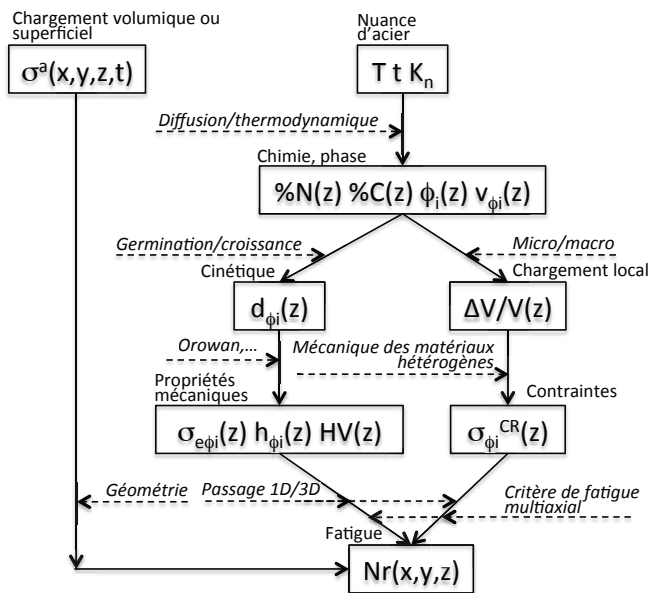


FIGURE 12. Schématisation de la démarche permettant de calculer la durée de vie en fatigue de pièces nitrurées depuis les paramètres technologiques ( $T$ ,  $t$ ,  $K_n$ ) jusqu'au nombre de cycles à la rupture  $N_r$ .

leur travaux de thèse à la compréhension des relations entre microstructure et propriétés mécaniques des couches nitrurées, ainsi que les Pr. J. Barralis et L. Castex initiateur du projet « nitruration » au sein du Laboratoire MSMP.

## RÉFÉRENCES

- [1] S.Jégou. Influence des éléments d'alliage sur la genèse des contraintes résiduelles d'aciers nitrurés. Thèse, ENSAM Aix-en-Provence, (2009).
- [2] J.N. Loquet, Caractérisation métallurgiques et mécaniques de couches nitrurées, relation microstructure comportement – Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (1998).
- [3] G. Fallot. Role du carbone lors de la nitruration d'acier de construction et influence sur les propriétés mécaniques – Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (2015).
- [4] J. Barralis, L. Castex, J.-C. Chaize. Influence des conditions de traitement sur la distribution des phases et des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées – Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, 43(6), 629–642, (1986).
- [5] L. Barrallier. Génèse des contraintes résiduelles de nitruration. Étude expérimentale et simulation – Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (1992).
- [6] S. Jégou, L. Barrallier, R. Kubler, M.AMJ Somers – Evolution of residual stress in the diffusion zone of a model Fe-Cr-C alloy during nitriding. HTM Journal of Heat Treatment and Materials : Vol. 66, No. 3, pp. 135-142 (2010).
- [7] C. Ginter. Influence des éléments d'addition sur l'enrichissement d'azote et le durcissement d'aciers nitrurés – Thèse Université de Nancy, (2006).
- [8] E. Orowan. Discussion in the symposium on internal stresses in metals and alloys. – Volume 3, (1948).
- [9] P. Guyot. Hardening by ordered coherent precipitates related to the statistical theory – Phil. Mag., vol. 24, pages 987–993, (1971).
- [10] M.F. Ashby, R. Ebeling. On the Determination of the Number, Size, Spacing, and Volume Fraction of spherical Second-Phase Particles from Extraction Replicas – Trans. of the Metallurgical Society of AIME, vol. 236, pages 1396–1404, (1966).
- [11] D. Tabor, The Hardness of Metals – Oxford, Oxford University Press (1951).
- [12] L. Barrallier, J. Barralis. On origin of residual stress generated by nitriding treatment on alloy steels – Proc. 4<sup>th</sup> Int. Conf. Residual Stress, Baltimore, MD, SEM Publishing, 498–505.

- [13] E. Kröner, Elastic moduli of perfectly disordered composite materials – J. Mech. Phys. Solids, 15, 319–329, (1967).
- [14] L. Barrallier. Thermochemical Surface Engineering of Steels, Chap.10 : Classical nitriding of heat treatable steel – Metals and Surface Engineering. Woodhead Publishing, pages 392–411, (2014).
- [15] P. De la Cruz, M. Odén, T. Ericsson, Influence of plasma nitriding on fatigue strength and fracture of a B-Mn steel – Materials Science and Engineering A, 242, 1–2, 181–194, (1998).
- [16] N. Limodin, Y. Verreman, Fatigue strength improvement of a 4140 steel by gas nitriding : influence of notch severity – Mat. Sci. Eng. A, 435–436, 460–467, (2010).
- [17] O. Hengstenberg, R. Mailänder, Biegeschwingfestigkeit von nitrirten Stähler – VDI-Z, 77, 1126–1128, (1930).
- [18] J. Barralis, L. Castex, Improvement of rotation bending and rolling contact fatigue of nitrided 32CDV13 – Residual Stress. Sci. and Tech. Int. Conf., Garmisch-Partenkirchen, 2, 679–686, (1986).
- [19] B.K. Jones, J.W. Martin, The effect of residual stresses on the fatigue failure of nitride En41B steel – Fracture, ICF4, Waterloo, Canada, 2, 1259–1265, (1977).
- [20] L. Castex, J. Barralis, J.C. Chaize, Etude de la tenue en fatigue de l'acier 32CDV13 nitruré – Mémoires et études scientifiques – Revue de métallurgie, 84, 1, 13–23, (1987).
- [21] M. Guaglione, L. Vergani, Effect of nitriding on low-cycle fatigue properties – Int. J. Fatigue, 19, 1, 67–73, (1977).
- [22] J.M. Cowling, J.W. Martin, Fatigue of nitrided En41B steel : effect of internal-stress distribution – Metals Technology, 8, 289–296, (1981).
- [23] B. Crossland, Effect of large hydrostatic pressure on the torsional fatigue strength of an alloy steel – Fatigue of Metals-International Conférence-SEP 138 (1956).
- [24] M. Chaussumier, Un modèle statistique de calcul en fatigue multiaxiale pour les pièces mécaniques en acier nitruré – Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (2000).
- [25] A. Deperrois, Sur le calcul de limite d'endurance des aciers – Thèse Ecole Polytechnique, (1991).
- [26] M.A. Terres, S. Ben Mohamed, H. Sidhom, Influence of ion nitriding on fatigue strength of low-alloy (42CrMo4) steel : experimental characterization and predictive approach – Int. J. Fatigue, 32, 1795–1804 (2010).
- [27] A. Freddi, D. Veschi, M. Bandini, G. Giovani, Design of experiments to investigate residual stresses and fatigue life improvement by a surface treatment – Fatigue Fract. Eng. Mat. Struct., 20, 8, 1147–1157 (1997).
- [28] M. Matsuiski, T. Endo, Fatigue of metals subjected to varying stress , Japan Soc. Mech. Engrg., (1969).
- [29] P. De Micheli, A. Settefrati, S. Marie, J. Barlier, P. Lasne, Towards the simulation of the whole manufacturing chain processes with FORGE@ – NEMU 2015 : New Developments in Forging Technology, Stuttgart, Germany, (2015).
- [30] H. Weil, S. Jégou, L. Barrallier, A. Courleux, G. Beck. Modélisation de la fatigue pour la nitruration gazeuse : méthodologie – Congrès Français de Mécanique, Lyon, 24-28 août, (2015).
- [31] I.M. Lifshitz, V.V. Slyozov, The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions – J. Phys. Chem. Solids 19, 35–50 (1961).
- [32] R.F. Kubler, M. Berveiller, P. Buessler. Semi phenomenological modeling of the behavior of TRIP steels – International Journal of Plasticity, 27(3) :299 – 327, (2011).
- [33] P. De Micheli, A. Settefrati, S. Marie, J. Barlier, P. Lasne, M. Bernacki, F. Bay – Towards the simulation of the whole manufacturing chain processes with FORGE@, NEMU (2015).
- [34] K. Dang Van, B. Griveau, O. Message, On a new multiaxial fatigue criterion : theory and application. Biaxial and Multiaxial Fatigue – EGF 3 (Edited by M.W. Brown and K.J. Miller), London : Mechanical Engineering Publications, pp. 479-496, (1989).
- [35] V.I. Papadopoulos, V.P. Panoskaltis. Invariant formulation of a gradient dependent multiaxial high-cycle fatigue criterion – Engineering Fracture Mechanics, 55(4) :513 – 528, (1996).
- [36] A. Fabre, L. Barrallier, M. Desvignes, H.P. Evans, M. Alanou. Microgeometrical influences on micropitting fatigue damage : Multi-scale analysis – Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J : Journal of Engineering Tribology, 225(6) :419–427, (2011).
- [37] C. Mauduit, R. Kubler, L. Barrallier, S. Berveiller, Q. Puydt. Tenue en fatigue des aciers après grenailage de précontrainte, relaxation des contraintes résiduelles et effet de l'instabilité de l'austénite non transformée – Congrès Français de Mécanique, Lyon, 24-28 août, (2015).