

N° d'ordre :

*Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene*  
*Faculté des Sciences de l'ingénieur*  
*Département de Génie Mécanique*

**THESE**

*Présentée à l'USTHB pour l'obtention du grade de*  
**MAGISTER**

**Spécialité : Génie Mécanique**

**Option : Fatigue et Mécanique des Matériaux**

**Par : Mr. TRIAA Salim**

Sujet :

**REALISATION D'UN DRASTICIMETRE ET ETUDE  
COMPARATIVE ENTRE DIFFERENTES SOLUTIONS DE TREMPER  
A BASE D'EAU, D'HUILE ET DE POLYMERE**

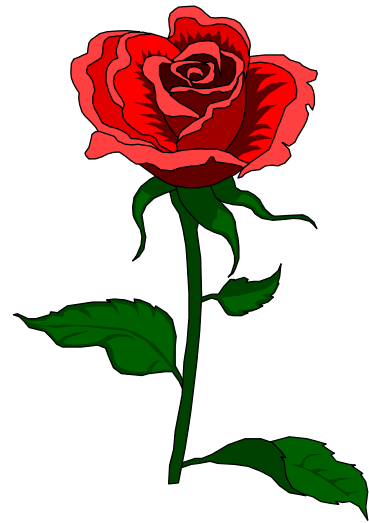
Soutenue publiquement le

Devant le jury composé de :

Mr. S. LEBAILI	Professeur à l'USTHB	Président
Mr. M. MOUZALI	Professeur à l'USTHB	Examineur
Mr. K. TAIBI	Maître de Conférences à l'USTHB	Examineur
Mr. N. BACHA	Maître de Conférences à l'USTB	Examineur
Mr. M. AZZAZ	Maître de Conférences à l'USTHB	Directeur de thèse

# *DEDICACES*

*J*e dédie ce modeste travail à  
mes très chers parents,  
que DIEU le tout puissant  
leur accorde le paradis.



Salim TRIAA

## TABLES DES FIGURES

### Chapitre I :

<b>Figure 1.1 :</b> <i>Domaine de la température d'austénitisation avant la trempe</i> (N. Bouaouadja 1992)	P: 5
<b>Figure 1.2 :</b> <i>Représentation schématique des courbes de refroidissement sur un diagramme TTT</i> (G. Murry 1995)	P: 9
<b>Figure 1.3 :</b> <i>Essai Jominy selon la norme (AFNOR 04.303)</i>	P:12
<b>Figure 1.4 :</b> <i>Abaque permettant la détermination des conditions de refroidissement d'une barre ronde dans un milieu de sévérité de trempe</i> (H G. Henry 1984)	P:14
<b>Figure 1.5 :</b> <i>Méthode de traçage des courbes en U</i> (H G. Henry 1984)	P:15
<b>Figure 1.6 :</b> <i>Schéma d'un drasticimètre</i> (D. Couratin 1998)	P:16
<b>Figure 1.7 :</b> <i>Détermination des points de transformation <math>\theta_1</math> et <math>\theta_2</math></i> (D. Couratin 1998)	P:18
<b>Figure 1.8 :</b> <i>Comparaison entre les courbes de refroidissement d'un même liquide de trempe</i> (D. Couratin 1998)	P:18
<b>Figure 1.9 :</b> <i>Schéma des trois étapes de la trempe dans un liquide vaporisable</i> (D. Couratin 1998)	P:19
<b>Figure 1.10 :</b> <i>Influence de la viscosité sur les différents mécanismes de trempe</i>	P:21
<b>Figure 1.11 :</b> <i>Influence de la température sur les courbes de refroidissement d'une sphère d'argent</i> (Y. Dardel 1963)	P:23
<b>Figure 1.12 :</b> <i>Influence des enduits sur les courbes de refroidissement</i> (Y. Dardel 1963)	P:23
<b>Figure 1.13 :</b> <i>Ebullition explosive</i>	P:25
<b>Figure 1.14 :</b> <i>Ebullition par germe</i>	P:25
<b>Figure 1.15 :</b> <i>phase de convection selon la viscosité du milieu de trempe</i>	P:27
<b>Figure 1.16 :</b> <i>Influence de l'agitation sur les courbes de dureté</i> (D. Couratin 1996)	P:34
<b>Figure 1.17 :</b> <i>Effet de l'agitation sur la drasticité du liquide de trempe</i> (D. Couratin 1996)	P:35
<b>Figure 1.18 :</b> <i>Courbes de refroidissement d'éprouvettes oxydées et non oxydées</i> S. Segerberg 1996	P:40
<b>Figure 1.19 :</b> <i>Effet de la présence de l'eau dans les huiles de trempe sur les courbes de refroidissement</i> (S. Segerberg 1996)	P:42
<b>Figure 1.20 :</b> <i>Courbe de Viscosité en fonction de la concentration du Polyéthylène-glycol 10000</i> (Z. Koudil 2000)	P:45
<b>Figure 1.21 :</b> <i>Courbes de Viscosité en fonction de la concentration à différentes températures du Polydur A</i> (Z. Koudil 2000)	P:45
<b>Figure 1.22 :</b> <i>Variation de la Viscosité des différents PEG en fonction du nombres de cycles de trempe</i> (Z. Koudil 2000)	P:46
<b>Figure 1.23 :</b> <i>Variation de l'indice de réfraction des différentes solutions de trempe en fonction de la concentration</i> (Z. Koudil 2000)	P:47
<b>Figure 1.24 :</b> <i>Variation de l'indice de réfraction des différents PEG en fonction du nombres de cycles de trempe</i> (Z. Koudil 2000)	P:48

### Chapitre II :

<b>Figure 2.1 :</b> <i>Evolution des contraintes thermiques au cours de la trempe</i>	P:51
<b>Figure 2.2 :</b> <i>Passage d'un solide vers l'état d'équilibre</i>	P:52
<b>Figure 2.3 :</b> <i>Schéma du transfert thermique entre solide et liquide</i>	P:54
<b>Figure 2.4 :</b> <i>Schéma du domaine d'étude</i>	P:60
<b>Figure 2.5 :</b> <i>Procédure d'évaluation des programmes de calculs des traitements thermiques</i>	P:66

### Chapitre III

<b>Figure 3.1 :</b> <i>Schéma du drasticimètre</i>	P:69
<b>Figure 3.2 :</b> <i>Perspective du dispositif de trempe et du four de traitement</i>	P:70
<b>Figure 3.3 :</b> <i>Thermocouple</i>	P:72

### Chapitre IV :

<b>Figure 4.1 :</b> <i>Schéma du four à induction sous vide</i>	P:81
<b>Figure 4.2 :</b> <i>Schéma du moule en graphite pour la coulée de l'Inconel 600</i>	P:83
<b>Figure 4.3 :</b> <i>Schéma du viscosimètre Ubbelohde avec le dispositif de chauffage (Norme ISO 315-1976)</i>	P:88
<b>Figure 4.4 :</b> <i>Réfractomètre Universel ABBE</i>	P:89
<b>Figure 4.5 :</b> <i>Limite entre la zone éclairée et la zone sombre, amenée à la croisée du réticule</i>	P:90
<b>Figure 4.6 :</b> <i>Echelle graduée pour la lecture de l'indice de réfraction</i>	P:90
<b>Figure 4.7 :</b> <i>Schéma de l'éprouvette de traction selon la norme AFNOR : A 03 – 151</i>	P:91

### Chapitre V :

<b>Figure 5.1 :</b> <i>Structure brute de coulée de l'Inconel 600</i>	P:92
<b>Figure 5.2 :</b> <i>Variation de l'indice de réfraction des différentes solutions de trempe à la température ambiante</i>	P:95
<b>Figure 5.3 :</b> <i>Variation de la viscosité des différentes solutions de trempe à la température de 25°C</i>	P:98
<b>Figure 5.4 :</b> <i>Variation de la viscosité des différentes solutions de trempe à la température de 40°C</i>	P:98
<b>Figure 5.5 :</b> <i>Courbes de refroidissement dans l'eau</i>	P:99
<b>Figure 5.6 :</b> <i>Vitesses de refroidissement dans l'eau</i>	P:99
<b>Figure 5.7 :</b> <i>Courbes de refroidissement du Polydur A à différentes concentrations sans agitation</i>	P:100
<b>Figure 5.8 :</b> <i>Vitesses de refroidissement du polydur A à différentes concentrations sans agitation</i>	P:100
<b>Figure 5.9 :</b> <i>Courbes de refroidissement du Polydur A à différentes concentrations avec agitation</i>	P:100
<b>Figure 5.10 :</b> <i>Vitesses de refroidissement du polydur A à différentes concentrations avec agitation</i>	P:100
<b>Figure 5.11 :</b> <i>Courbes de refroidissement du PVP 15000 A à différentes concentrations sans agitation</i>	P:101
<b>Figure 5.12 :</b> <i>Courbes de refroidissement du PVP 15000 à différentes concentrations avec agitation</i>	P:101
<b>Figure 5.13 :</b> <i>Vitesses de refroidissement du PVP 15000 à différentes concentrations sans agitation</i>	P:102
<b>Figure 5.14 :</b> <i>Vitesses de refroidissement du PVP 15000 à différentes concentrations avec agitation</i>	P:102
<b>Figure 5.15 :</b> <i>Courbes de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 4000 à différentes concentrations / sans agitation</i>	P:103
<b>Figure 5.16 :</b> <i>Vitesses de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 4000 à différentes concentrations / sans agitation</i>	P:103
<b>Figure 5.17 :</b> <i>Courbes de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 4000 à différentes concentrations / avec agitation</i>	P:103
<b>Figure 5.18 :</b> <i>Vitesses de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 4000 à différentes concentrations / avec agitation</i>	P:103
<b>Figure 5.19 :</b> <i>Courbes de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 10000 à différentes concentrations / sans agitation</i>	P:104
<b>Figure 5.20 :</b> <i>Vitesses de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 10000 à différentes concentrations / sans agitation</i>	P:104

<b>Figure 5.21 :</b> <i>Courbes de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 10000 à différentes concentrations / avec agitation</i>	P:104
<b>Figure 5.22 :</b> <i>Vitesses de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 10000 à différentes concentrations / avec agitation</i>	P:104
<b>Figure 5.23 :</b> <i>Courbes de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 35000 à différentes concentrations / sans agitation</i>	P:105
<b>Figure 5.24 :</b> <i>Vitesses de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 35000 à différentes concentrations / sans agitation</i>	P:105
<b>Figure 5.25 :</b> <i>Courbes de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 35000 à différentes concentrations / avec agitation</i>	P:105
<b>Figure 5.26 :</b> <i>Vitesses de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 35000 à différentes concentrations / avec agitation</i>	P:105
<b>Figure 5.27 :</b> <i>Courbes de refroidissement dans l'huile de trempe la TORADA S22.1 sans et avec agitation</i>	P:106
<b>Figure 5.28 :</b> <i>Vitesses de refroidissement dans l'huile de trempe la TORADA S22.1 sans et avec agitation</i>	P:106
<b>Figure 5.29 :</b> <i>Courbes de refroidissement dans l'huile de trempe la Shell 8230 sans et avec agitation</i>	P:107
<b>Figure 5.30 :</b> <i>Vitesses de refroidissement dans l'huile de trempe la Shell 8230 sans et avec agitation</i>	P:107
<b>Figure 5.31 :</b> <i>Courbes de refroidissement théoriques du centre de l'éprouvette test pour différentes vitesses d'agitation</i>	P:110
<b>Figure 5.32 :</b> <i>Variation de la vitesse de refroidissement théorique du centre de l'éprouvette test pour différentes vitesses d'agitation</i>	P:110
<b>Figure 5.33 :</b> <i>représentation temporelle du champ thermique de notre éprouvette à différents temps de refroidissement</i>	P:111
<b>Figure 5.34 :</b> <i>Courbes de refroidissement dans différents types d'huiles de trempe avec agitation</i>	P:112
<b>Figure 5.35 :</b> <i>Comparaison des vitesses de refroidissement dans différents types d'huiles de trempe / avec agitation</i>	P:112
<b>Figure 5.36 :</b> <i>Comparaison des lois de refroidissement entre différentes solutions de trempe à base de polymère de concentration de 15 %</i>	P:113
<b>Figure 5.37 :</b> <i>Comparaison des vitesses de refroidissement entre différentes solutions de trempe à base de polymère de concentration de 15 %</i>	P:113

## NOMENCLATURE

$\varphi$	Flux de chaleur
$\mu$	Viscosité dynamique
$\rho$	Masse volumique
$\alpha$	Phase ferritique
$\gamma$	Phase austénitique
$\eta$	Viscosité intrinsèque de la solution macromoléculaire
$\theta_1$	Température de transition entre les phases de caléfaction – ébullition
$\theta_2$	Température de transition entre les phases de ébullition - convection
ACR	Polyacrylate Sodium
Bi	Nombre de Biot
C	Chaleur massique
$C_p$	Chaleur spécifique
dt	Incrémentation de temps
dT	Variation de température entre $T_L$ et $T_i$
Fo	Nombre de Fourier
h	Coefficient de transfert thermique
$H_b$	Hauteur du bac de tremp
$H_p$	Hauteur de la pièce
$K'$	Constante
L	Longueur
PAA	Polyacide itaconique
PAAM	Poly acrylamide
PAG	Polyalkylènes-glycol
PDA	Polydur A
PEG	Polyéthylènes-glycols
PEO	Polyéthyl-oxazoline
PVA	Polyvinyle alcool
PVP	Polyvinyl-pyrrolidone
r	Coordonnée radiale
R	Constante des gaz parfait
$R_b$	Rayon du bac de tremp
$R_p$	Rayon du la pièce
S	Terme source
s	Surface du solide
t	Temps
T	Température
$T_c$	Température au centre de l'éprouvette
$T_f$	Température du fluide
$T_i$	Température initiale
$T_L$	Température du liquide
$T_p$	Température de la pièce

$T_s$	Température du solide
TRC	Transformation Refroidissement Continu
TTT	Transformation Temps Température
U	Vitesse longitudinale
Ue	Vitesse d'entrée du fluide
V	Vitesse radiale
Vr	Vitesse de refroidissement
Vs	Vitesse de sortie du fluide
Z	Coordonnée longitudinale

## SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GENERALE</b>	<b>P: 01</b>
<b>CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE</b>	
<b>I – 1 – GENERALITES</b>	<b>P: 04</b>
I - 1 - 1 – Le recuit	P: 04
I – 1 – 2 – La trempe	P: 05
I – 1 – 3 – Le revenu	P: 05
<b>I – 2 - VARIATIONS DIMENSIONNELLES AU COURS DE LA TREMPE</b>	<b>P: 06</b>
<b>I - 3 - PARAMETRES DE TREMPE</b>	<b>P: 07</b>
I – 3 – 1 - Chauffage à la température d’austénitisation	P: 07
I – 3 – 2 - Choix de la température d’austénitisation	P: 08
I – 3 – 3 - Choix du temps de maintien	P: 08
I - 3 – 4 - Choix de la vitesse de refroidissement	P: 09
<b>I – 4 - TREMPABILITE</b>	<b>P: 10</b>
I – 4 – 1 - Influence des éléments d’alliage sur la trempabilité	P: 10
I – 4 – 2 - Importance des diagrammes TTT et TRC dans la trempe	P: 11
I – 4 – 3 - Détermination de la trempabilité après trempe	P: 11
1 - Utilisation de la courbe Jominy	P: 11
2 - Méthode de Grossmann ou méthode de détermination de diamètre critique	P: 12
3 - Passage de la courbe Jominy a la courbe en U	P: 13
<b>I – 5 - DRASTICITE (POUVOIR REFROIDISSANT) ET POUVOIR TREMPANT</b>	<b>P: 16</b>
<b>I – 6 - MECANISMES DE TREMPE</b>	<b>P: 19</b>
I – 6 – 1 - Première phase de refroidissement (la caléfaction)	P: 20
I – 6 – 2 - Deuxième phase de refroidissement (l’ébullition)	P: 24
I – 6 – 3 - Troisième phase de refroidissement (la convection)	P: 26
<b>I – 7 - DIFFERENTS MILIEUX DE TREMPE</b>	<b>P: 28</b>
I – 7 – 1 - Choix du milieu de trempe	P: 28
I – 7 – 2 - L’eau	P: 28
I – 7 – 3 – Les huiles de trempe	P: 28
I – 7 – 4 - Les solutions aqueuses à base de Polymère	P: 30
I – 7 – 5 - Les grandes familles de polymères pour la trempe	P: 31
I – 7 – 6 - Les difficultés expérimentales à l’établissement des courbes de refroidissement	P: 39
<b>I – 8 - COMPORTEMENT PHYSICO-CHIMIQUE DES SOLUTIONS DE TREMPE A BASE DE POLYMERE</b>	<b>P: 43</b>
I – 8 – 1 - Paramètres de contrôle des bains de trempe	P: 43
I – 8 – 2 - La viscosimétrie	P: 44
I – 8 – 3 - La réfractométrie	P: 46

## CHAPITRE II : RESOLUTION THEORIQUE

II - 1 - <b>CALCUL DES LOIS DE REFROIDISSEMENT</b>	P: 50
II - 2 - <b>PROBLEMATIQUE</b>	P: 50
II - 3 - <b>RESOLUTION MATHEMATIQUE</b>	P: 52
II - 4 - <b>APPROCHE THEORIQUE</b>	P: 53
II - 4 - 1 – Résolution d'un calcul simple	P: 53
II - 4 - 2 – Solutions numériques	P: 55
II - 4 - 3 - Tests de base des programmes de calculs assistés par ordinateur pour la détermination des résultats de durcissement	P: 64

## CHAPITRE III : REALISATION DU DRASTICITEMTRE

III - 1 - <b>REALISATION DU DRASTICITEMTRE</b>	P: 68
III - 2 - <b>DISCUSSIONS DU CHOIX DU MONTAGE</b>	P: 71
III - 2 - 1 - Le bac de trempe	P: 71
III - 2 - 2 – Thermocouple	P: 72
III - 2 - 3 - L'éprouvette test (Inconel 600)	P: 74
III - 2 - 4 - L'acquisition des données	P: 75
III - 2 - 5 - L'agitation des liquides de trempe	P: 77

## CHAPITRE IV : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

IV - 1 - <b>MATERIAUX UTILISES POUR LA TREMPE</b>	P: 80
IV - 2 - <b>ELABORATION DE L'INCONEL 600</b>	P: 80
IV - 2 - 1 - Description du four à induction sous vide	P: 80
IV - 2 - 2 - Pesée des quantités d'éléments à fusionner	P: 82
IV - 2 - 3 - Déroulement de l'opération (élaboration de l'Inconel 600)	P: 83
IV - 3 - <b>ELABORATION DE L'A-S10G (alliage d'aluminium)</b>	P: 84
IV - 4 - <b>ANALYSE CHIMIQUE</b>	P: 84
IV - 4 - 1 - Analyse chimique du carbone	P: 84
IV - 4 - 2 - Analyse chimique des autres éléments par spectrométrie	P: 85
IV - 5 - <b>PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR LA TREMPE</b>	P: 85
IV - 6 - <b>TRAITEMENTS THERMIQUES (TREMPE ET REVENU)</b>	P: 85
IV - 6 - 1 - Description du four à moufle utilisé	P: 85
IV - 6 - 2 - Traitements thermiques des aciers utilisés	P: 86
IV - 6 - 3 - Traitements thermiques de l'A-S10G	P: 86
IV - 7 - <b>SOLUTIONS DE TREMPE UTILISEES</b>	P: 86
IV - 8 - <b>MESURE VISCOSIMETRIQUE (viscosimètre capillaire d'Ubbelohde)</b>	P: 87
IV - 8 - 1 - Déroulement de l'opération de mesure	P: 87
IV - 9 - <b>MESURE REFRACTOMETRIQUE (Réfractomètre ABBE)</b>	P: 88
IV - 9 - 1 - Description de l'appareil	P: 89
IV - 10 - <b>LES ESSAIS MECANIQUES</b>	P: 90
IV - 10 - 1- L'ESSAI DE TRACTION	P: 90
IV - 10 - 2 - L'ESSAI DE DURETE	P: 91

## CHAPITRE V : RESULTATS ET INTERPRETATIONS

<b>V - 1 - DISCUSSION DES RESULTATS OBTENUS APRES ELABORATION ET CARACTEEISATION DES DIFFERENTS ALLIAGES</b>	<b>P: 92</b>
<b>V - 2 - DISCUSSION DES RESULTATS OBTENUS AVEC LES DIFFERENTES SOLUTIONS DE TREMPE</b>	<b>P: 94</b>
V - 2 - 1 - L'indice de réfraction des différentes solutions de trempe	<b>P: 94</b>
V - 2 - 2 - Viscosité des différentes solutions de trempe utilisées	<b>P: 96</b>
V - 2 - 3 - Courbes et vitesses de refroidissement des différentes solutions de trempe utilisées	<b>P: 99</b>
1 - L'eau	<b>P: 99</b>
2 - Les solutions de trempe à base de polymère	<b>P: 99</b>
3 - les huiles	<b>P: 106</b>
V - 2 - 4 - Domaines de dureté des différentes solutions de trempe à base de polymère	<b>P: 107</b>
V - 2 - 5 - Courbes et vitesses de refroidissement obtenues par calcul numérique	<b>P: 109</b>
V - 2 - 6 - Comparaison des lois de refroidissement entre les différentes solutions de trempe utilisées	<b>P: 111</b>
1 - Comparaison entre les différentes huiles de trempe	<b>P: 111</b>
2 - Comparaison entre les différentes solutions de trempe à base de polymère	<b>P: 112</b>
<b>V - 3 - ETUDE ECONOMIQUE</b>	<b>P: 114</b>
<b>CONCLUSION GENERALE</b>	<b>P: 116</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b>	<b>P: 120</b>
<b>INDEX DES TABLEAUX</b>	<b>P: 124</b>
<b>TABLE DES FIGURES</b>	<b>P: 125</b>

## **INTRODUCTION GENERALE :**

Au cours des dernières décennies, beaucoup de progrès ont été réalisés dans la conception et les techniques de fabrication des pièces mécaniques en acier au carbone ou en acier faiblement alliés trempées. Ils ont permis d'améliorer la qualité de pièces et de ce fait d'accroître leurs domaines d'application et souvent de diminuer leur prix de revient. Mais pour que leurs caractéristiques mécaniques soient et restent les plus préformantes possible, il a été nécessaire de définir de nouvelles méthodes de fabrication aux spécifications métallurgiques assez particulières.

Les liquides de trempe à base de polymères dans l'eau sont de plus en plus utilisés dans l'industrie en remplacement des huiles de trempe et/ou de l'eau. Les principales raisons de cet intérêt pour les polymères sont :

- Prix de revient du traitement considérablement inférieur à celui des huiles ;
- Propriétés mécaniques assurant le meilleur compromis entre les caractéristiques de dureté et de ductilité ;
- Plus grande flexibilité du pouvoir refroidissant ;
- Pas de risque sur l'environnement et sur les opérateurs.

Les solutions de trempe à base de polymères ont un pouvoir refroidissant supérieur à celui des huiles, ce qui permet l'emploi d'aciers plus faiblement alliés, donc moins cher. Par comparaison avec la trempe à l'eau, le pouvoir refroidissant des solutions aux polymères est plus faible qui signifie moins de distorsions et moins de risques de fissuration.

D'autres part, pour assurer un durcissement stable et une durée de service satisfaisante, les polymères exigent un réglage et un entretien délicat concernant la concentration, la température, la vitesse d'agitation, le degré de contamination et le niveau bactérien.

Dans le présent travail, nous nous sommes proposés de réaliser un drasticimètre afin d'étudier les lois de refroidissement des différentes solutions de trempe (l'eau, les huiles et les solutions aux polymères) et de mettre en évidence leur influence sur les caractéristiques mécaniques d'alliages peu utilisés dans l'industrie mécanique, à cause de leur faible trempabilité.

Nous avons consacré la première partie de notre travail à la bibliographie. Elle concerne les traitements thermiques : trempe, revenu ; les mécanismes de trempe, les

solutions de trempe à base de polymères ainsi que le comportement physico-chimique des différentes solutions de trempe (viscosimétrie et réfractométrie).

La deuxième partie est réservée à l'étude théorique des lois de refroidissement. Elle comporte : un calcul simple des lois de refroidissement, une résolution numérique et enfin un organigramme de calcul par ordinateur pour la détermination des résultats des traitements thermiques (trempe).

La troisième partie est réservée à la description des différentes techniques expérimentales utilisées pour la réalisation de ce travail. En particulier, on cite : l'élaboration de l'Inconel 600 et l'alliage d'aluminium A-S10G ainsi que la réalisation d'un drasticimètre.

Les résultats expérimentaux et leurs interprétations font l'objet de la quatrième partie de cette thèse que nous terminerons par une conclusion générale ainsi que des perspectives d'avenir.

## I – 1 – GENERALITES :

Les traitements thermiques sont des opérations de chauffage suivies d'un maintien à la température de traitement, puis d'un refroidissement qui a pour but de donner à une pièce les propriétés les plus convenables pour son emploi ou sa mise en forme.

Un traitement thermique du point de vue technique, est défini par la variation de la température  $T(^{\circ}\text{C})$  du métal en fonction du temps  $t(\text{s})$  (cycle thermique :  $T^{\circ}\text{C} = f(t)$ ).

D'une façon générale, un traitement thermique ne modifie pas la composition chimique de l'alliage<sup>(1)</sup> ; mais il peut apporter des modifications relatives aux trois points suivants :

- a) A sa constitution (état du carbone, sa forme, les différentes formes allotropiques du fer) ;
- b) A sa structure (grosseur du grain et répartition des constituants) ;
- c) A son état mécanique (les différences de température aux divers points de la pièce provoquent des irrégularités de dilatation qui peuvent créer des contraintes propres et causer des déformations externes.

D'une façon générale, on distingue trois grandes familles de traitements thermiques :

### I - 1 - 1 – Le recuit :

Le recuit est un traitement thermique visant à amener le métal en équilibre physico-chimique et mécanique s'il y a lieu, et tend à réaliser l'équilibre structural ; il a donc pour but de faire disparaître les états hors équilibre résultant de traitements antérieurs, thermiques ou mécaniques ; en provoquant la formation de structures ferrite - carbures après passage par un état totalement ou partiellement austénitique.

#### *Cycle thermique :*

- Un chauffage jusqu'à une température dite de recuit ;
- Un maintien isotherme à cette température, de durée variable, ou des oscillations autour de cette température ;
- Un refroidissement lent ; il s'opère généralement à l'air lorsque ce traitement n'entraîne pas la trempe de l'acier, sinon on utilise un milieu assurant une vitesse de refroidissement plus faible (four, cendres ...).

---

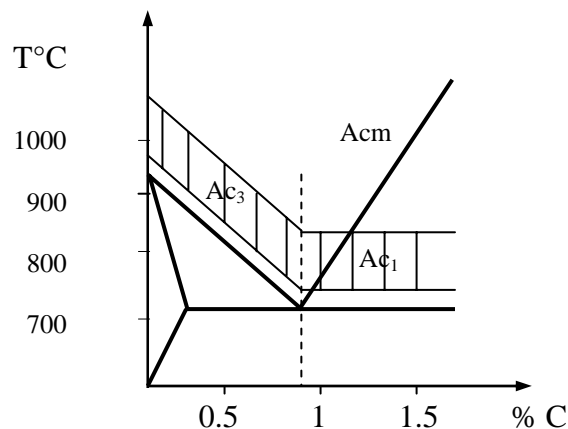
<sup>(1)</sup> Toutefois le milieu environnant peut modifier la composition chimique des couches superficielles.

### I – 1 – 2 – La trempe :

La trempe est un traitement thermique donnant à l'acier une grande dureté par transformation de l'austénite en martensite (J. Niard 1985). Elle comporte trois étapes :

#### *cycle thermique :*

- Chauffage destiné à amener l'acier à l'état austénitique ; la température à laquelle est portée l'acier dépend de sa teneur en carbone :
  - \* Dans le cas d'un acier hypoeutectoïde : on adopte la température  $T^{\circ}\text{C} = A_{c3} + (30 - 50^{\circ}\text{C})$  pour laquelle l'acier est à l'état austénitique (figure 1.1).
  - \* Dans le cas d'un acier hypereutectoïde : on se limite à une température  $T^{\circ}\text{C} = A_{c1} + (50 - 70^{\circ}\text{C})$  pour laquelle l'acier est composé d'austénite et de cémentite (figure 1.1).
- Maintien à la température d'austénisation permettant l'homogénéisation de la structure ;
- Refroidissement rapide par immersion dans un fluide approprié (eau, solutions aqueuses de polymère, huiles animales et végétales, air, ...).



**Figure 1.1 :** Domaine de la température d'austénitisation avant la trempe  
(N. Bouaoudja 1992)

### I – 1 – 3 – Le revenu :

L'état structural obtenu après traitement thermique de trempe et développement de la transformation  $\gamma \longrightarrow \alpha$  étant généralement en équilibre métastable (état hors équilibre) à la température ambiante, un réchauffage permettra dans certaines conditions, de rompre ce pseudo-équilibre et de faciliter le retour vers l'état d'équilibre. Ce retour plus ou moins partiel

constitue une phase importante des transformations des aciers. Le revenu est un traitement pratiqué après la trempe et destiné à augmenter les très faibles résiliences de l'état martensitique tout en diminuant la dureté. Au cours de ce traitement, la martensite se transforme peu à peu en un constituant proche de la bainite.

**Cycle thermique :**

- Chauffage à une température comprise entre 180°C et  $A_{c1}$ . Cette température est choisie de telle façon que le traitement augmente l'allongement et la résilience de l'acier sans trop diminuer la dureté et la résistance à la traction ;
- Maintien à cette température pendant un temps prédéfini pour chaque nuance ;
- Refroidissement moyennement lent dans un milieu convenable (l'air, four, solution aqueuse...).

**I – 2 - VARIATIONS DIMENSIONNELLES AU COURS DE LA TREMPE :**

Au cours de la trempe d'un acier, des changements de volume se produisent (G. Murry 1995), ils sont dus :

- Aux variations de température : ils font alors intervenir le coefficient de dilatation du métal ;
- Aux transformations allotropiques : ils sont alors liés aux conditions dans lesquelles va se dérouler la transformation  $\gamma \longrightarrow \alpha$ .

Mais, pendant la trempe, la température n'est pas uniforme dans toute la pièce, et de ce fait :

- La dilatation de l'acier n'est pas la même en tous points ;
- La transformation  $\gamma \longrightarrow \alpha$  se produit à des instants différents dans la section du volume considéré et la dilatation anormale qui l'accompagne ne se manifeste donc pas au même moment en tous points ;

Cette absence de synchronisme des changements de volume va engendrer des distorsions qui seront responsables :

- Des déformations plastiques lorsque la limite d'élasticité de l'acier sera dépassée ;
- Des déformations élastiques (donc de contraintes) lorsque la limite d'élasticité de l'acier ne sera pas dépassée ; si la géométrie de la pièce traitée est susceptible d'engendrer des concentrations de contraintes (variations brutales de section, trous, rayures, entailles) et lorsque les déformations sont très fortes, une fissuration peut apparaître, et constitue une tapure de trempe.

Ces déformations ne doivent pas être confondues avec les distorsions que peut engendrer le fluage du métal lorsque celui-ci est soumis, à haute température, à des sollicitations.

### **I - 3 - PARAMETRES DE TREMPES :**

#### **I – 3 – 1 - Chauffage à la température d'austénitisation :**

Le chauffage doit permettre de porter à la température choisie l'ensemble de la pièce. Or, la chaleur étant apportée à celle-ci par transmission à travers sa surface, la température de cette dernière est toujours supérieure à celle du cœur, l'opération s'achevant quand justement, la différence entre ces deux températures est devenue nulle ou tout au moins inférieure à la tolérance admise (G. Murry 1995).

Ainsi, pendant toute la période de chauffage, il existe un gradient de température entre la peau et le cœur de la pièce, gradient d'autant plus important que le chauffage est plus rapide et la pièce de plus grande dimension ; ce gradient de température engendre des hétérogénéités de dilatation, peuvent à l'instant où elles apparaissent engendrer soit des déformations élastiques (dans ce cas, une mise en contrainte de l'acier) soit des déformations plastiques, suivant les propriétés de l'acier à la température correspondante.

La déformation apparaissant au début du chauffage (peau plus chaude que le cœur) conduit toujours à une mise en compression de la peau et donc, à une mise en tension du cœur, situation qui n'engendre pas de gros risques de fissuration. Lorsque la transformation  $\alpha \longrightarrow \gamma$  de la peau commence, on voit que le sens de la déformation s'inverse ; la peau est donc sollicitée en traction mais, compte tenu de sa température, elle va subir un allongement plastique ; tandis que pour une transformation  $\alpha \longrightarrow \gamma$  du cœur, on voit que le sens de la déformation s'inverse à nouveau ; la peau se trouve une nouvelle fois comprimée et subit donc un raccourcissement plastique. Cette déformation tend à se résorber quand le gradient de température s'annule.

Au cours du chauffage, on assiste donc à une sorte de pétrissage de la peau, dont l'ampleur croît avec la rapidité du chauffage et les dimensions de la pièce. Si, dans le cas de certains types d'aciers ce pétrissage ne crée pas un risque de fissuration, il engendre par contre des modifications de la géométrie de la pièce, qui constituent une part non négligeable des déformations dues aux traitements thermiques.

Afin d'y remédier à ce type de problème, il sera préférable de réaliser un chauffage d'autant plus lent que la section (dimensions) de la pièce à traiter sera plus grande et,

éventuellement, de procéder à des chauffages avec paliers pendant lesquels le gradient de température se résorbera, tout au moins pour sa plus grande part.

### **I – 3 - 2 - Choix de la température d'austénitisation :**

Selon N. Bouaouadja, (1992), les aciers hypoeutectoïdes doivent être chauffés à la température  $A_{c3} + (30 - 50^{\circ}\text{C})$  (figure 1.1). Ainsi une structure initiale  $\alpha + P$  acquiert au bout d'un maintien, dont la durée dépend de la nuance de l'acier et de ses dimensions, une structure austénitique qui à son tour se transforme en martensite lorsque la vitesse de refroidissement est assez élevée. Les aciers hypereutectoïdes doivent être chauffés à la température  $A_{c1} + (50 - 70^{\circ}\text{C})$  ; à cette température, apparaît l'austénite, bien qu'une certaine quantité de cémentite secondaire reste encore non dissoute. Il en résulte qu'après trempe, la matrice martensitique comporte des particules de cémentite non dissoutes lors du chauffage. Cette structure assure pour ce type d'acier, une dureté et une tenue à l'usure plus élevées.

Pour de nombreux aciers, la température d'austénitisation avant trempe dépasse les limites mentionnées (figure 1.1), à cause de la faible dissolution des carbures contenant les éléments d'alliage. Dans ces cas, l'augmentation de la température d'austénitisation n'entraîne pas un grossissement perceptible du grain d'austénite car les carbures non dissous ralentissent la croissance du grain austénitique

### **I – 3 – 3 - Choix du temps de maintien :**

D'après G. Murry (1995) et A. Constant (1980), la durée de maintien à la température d'austénitisation est le temps pendant lequel la température de l'ensemble de la pièce traitée est conservée constante et égale à la température d'austénitisation, étant entendu que le chauffage ne s'achève que lorsque la température est uniforme dans toute la section de la pièce (ou lorsque l'écart de la température entre peau et cœur est inférieur ou égal à la tolérance admise).

Souvent, la durée du maintien est définie en fonction de la taille de la pièce chauffée et dans le but de parvenir à une mise en température uniforme ; car le maintien ne débute que lorsque l'isothermie de la pièce est acquise (à la tolérance près admise dans la pratique pour l'écart de température entre peau et cœur).

En général, pour les aciers hypoeutectoïdes au carbone et faiblement alliés, un maintien de quelques minutes est très largement suffisant ; tandis que pour les aciers alliés contenant des éléments carburigènes, il faudra tenir compte des conditions particulières de

mise en solution des carbures, qui pourront obliger à adopter une température d'austénitisation élevée et une durée de maintien assez importante.

Le maintien de l'acier à la température de trempe doit assurer le chauffage à cœur et l'achèvement des transformations de phase, sans qu'il soit trop lent pour éviter le grossissement des gains et la décarburation des couches superficielles des pièces.

La durée totale du chauffage  $t$  dépend :

1 – du temps d'échauffement à cœur  $t_1$  jusqu'à la température demandée. Ce temps dépend de la forme et des dimensions des pièces traitées, de la nuance d'acier, du type de fours utilisés, ...etc. ;

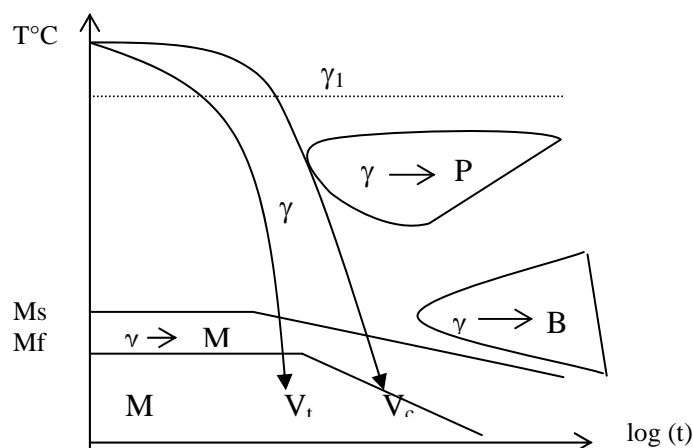
2 – du temps de maintien isotherme  $t_2$  qui dépend de la composition et de l'état initial de l'acier.

Le temps total est donc :  $t = t_1 + t_2$ . En réalité, pour le déterminer, on se réfère aux données expérimentales.

### I - 3 – 4 - Choix de la vitesse de refroidissement :

Pour estimer la vitesse de refroidissement, on utilise la relation entre la température et le temps :  $T^{\circ}\text{C} = f(t)$  représentée graphiquement (G. Murry 1995, N. Bouaouadja 1992).

La vitesse critique de trempe martensitique est mesurée soit à la température  $T = 700^{\circ}\text{C}$ , soit exprimée dans un gradient de température généralement compris entre  $700$  et  $300^{\circ}\text{C}$ . Le refroidissement doit se réaliser à une vitesse supérieure à la vitesse critique de trempe, celle-ci étant la vitesse limite qui assure la transformation totale de l'austénite en martensite. La figure 1.2 représente Les courbes de Transformation - Temps - Température (TTT) de la transformation de l'austénite surfusionnée avec indication de la vitesse critique de trempe  $V_c$ . Chaque vitesse de trempe  $V_t \geq V_c$ , assure donc la transformation austénite  $\rightarrow$  martensite.



**Figure 1.2 :** Représentation schématique des courbes de refroidissement sur un diagramme TTT  
(G. Murrv 1995)

#### **I – 4 - TREMPABILITE :**

La trempabilité d'un acier est son aptitude relative à éviter la formation d'agrégats ferrite – carbures ( $\alpha + C$ ) lors de refroidissements de plus en plus lents de la température d'austénitisation jusqu'à la température du début de formation de la martensite  $M_s$ . La trempabilité est donc définie par le pouvoir de nucléation de l'austénite initiale vis à vis de la ferrite ou des carbures. Autrement dit, plus le refroidissement qui entraîne la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha + C$  est lent, plus la trempabilité de l'acier est élevée (J. Barralys 1997).

De manière générale, les facteurs qui influent sur la trempabilité sont ceux qui agissent sur le temps d'incubation de la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha + C$ , c'est à dire sur les vitesses de germination de  $\alpha$  ou C. Parmi ces facteurs, on cite :

- La mise en solution d'éléments alliés dans l'austénite (sauf pour le Co), en retardant la germination des carbures permettant l'augmentation de la trempabilité. Ceci explique le recours aux nuances alliées pour résoudre des problèmes de trempe non traitables à l'aide d'aciers ordinaires.
- Les conditions d'austénitisation, en fixant la grosseur du grain austénitique ( $G_a$ ) et l'homogénéité chimique de l'austénite qui ont une influence importante sur la trempabilité ; une augmentation de  $G_a$  améliore la trempabilité mais dégrade la plupart des propriétés mécaniques de l'acier.

##### **I – 4 – 1 - Influence des éléments d'alliage sur la trempabilité :**

Les éléments en solution solide de substitution (ex : Mn, Si, Cr, Mo, V,...) augmentent tous, dans des proportions variables, la trempabilité des aciers, à l'exception toutefois du Cobalt (A. Constant (b) 1984). Ceci se traduit par le fait qu'ils repoussent les courbes TTT vers la droite, la solution austénitique étant alors plus stable, donc l'acier plus trempant. De même, ils repoussent les courbes TRC vers des refroidissements plus lents ou des températures plus basses. L'action des éléments est en général, d'autant plus marquée que leur teneur est élevée sans que, toutefois cette action soit uniforme dans toute la gamme des températures de traitements. Les éléments alphagènes qui ont tendance à donner des carbures, tels que le Cr et le Mo, ont en outre, une influence plus spécifique sur les domaines de transformation et leur addition conjointe correspond fréquemment à des effets synergiques. La précipitation est susceptible d'engendrer un durcissement qui modifie la variation de dureté au cours de refroidissement influençant ainsi, l'allure de la courbe Jominy.

L'influence des éléments en solution solide d'insertion a également été mise en évidence. Si le carbone est l'élément principal qui régit la capacité de durcissement de l'acier,

il n'a par contre, qu'un effet assez faible sur la trempabilité ; c'est ce que révèle en particulier, l'examen des diagrammes TRC d'aciers à teneurs croissantes en carbone. En fait, le carbone agit surtout à la faveur d'un phénomène de synergie mettant en jeu les autres éléments d'alliage présents dans l'acier.

L'azote, autre élément en solution solide d'insertion, intervient surtout comme formateur de nitrures susceptibles d'empêcher le grossissement du grain austénitique  $\gamma$ ; par ce biais, il aurait donc plutôt tendance à diminuer la trempabilité de l'acier ; on sait en effet, que lorsque le grain austénitique est fin, la surface des joints est importante et les probabilités de germination des produits de transformation de l'austénite sont accrues. En l'absence d'élément donnant des nitrures, l'azote, par contre, augmente la trempabilité.

#### **I – 4 – 2 - Importance des diagrammes TTT et TRC dans la trempe :**

Pour obtenir certaines structures ou afin de limiter au maximum les déformations et les contraintes susceptibles d'apparaître lors de la trempe, il est nécessaire de diminuer les gradients thermiques (D. Thivellier 1977). Pour ce faire, les diagrammes TTT et TRC trouvent tous leurs applications :

Le diagramme TRC permet de définir les conditions de refroidissement qui éviteront toute transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  avant d'atteindre la température de maintien choisie (et donc aussi de juger de la faisabilité de ce traitement dans les conditions considérées).

Le diagramme TTT nous informe sur la durée maximale du maintien, qui ne doit pas être dépassée si l'on veut éviter toute formation de structure indésirable et sur la durée optimale si l'on veut permettre la formation d'une certaine proportion de cette structure.

#### **I – 4 – 3 - Détermination de la trempabilité après trempe :**

Il existe plusieurs méthodes pour évaluer et estimer la trempabilité (G. Henry 1984). Parmi ces méthodes, on cite :

##### **1 - Utilisation de la courbe Jominy :**

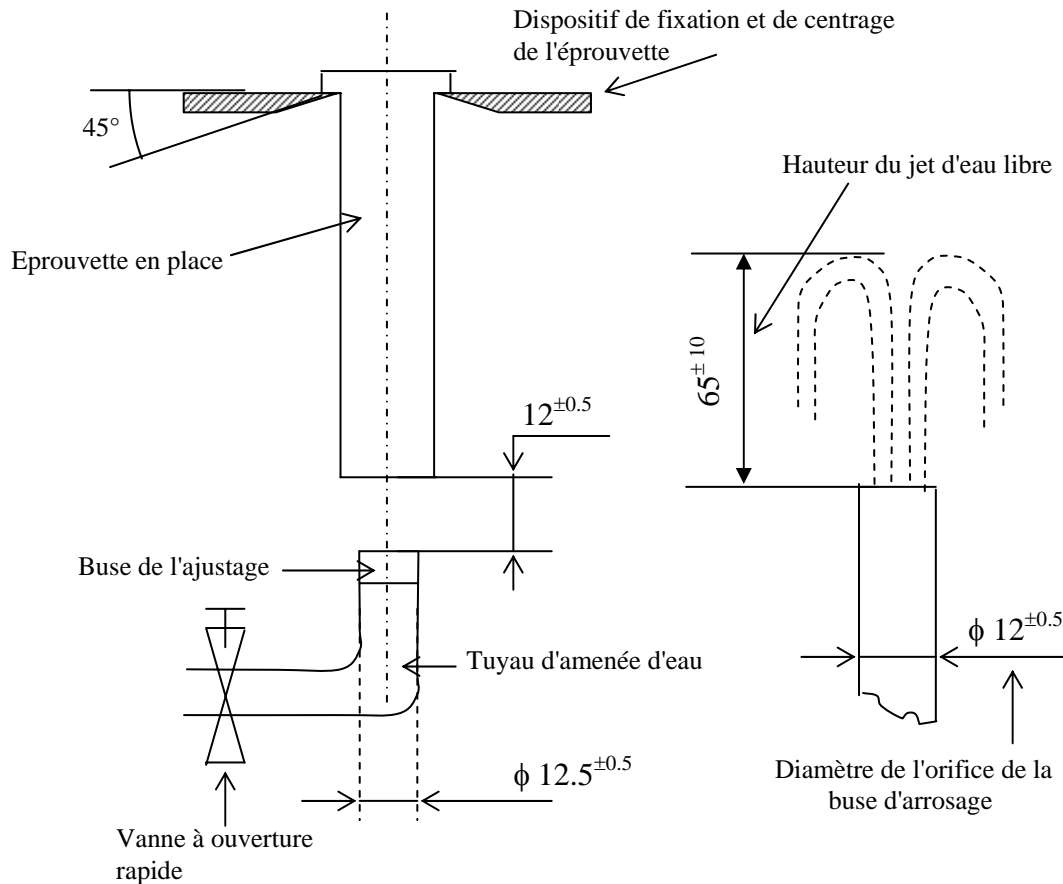
Selon la norme AFNOR 04.303, qui prévoit les conditions d'exécution de l'essai avec explication de la méthode à suivre pour la détermination de la trempabilité de l'acier par trempe en bout ou essai Jominy (figure 1.3), les mesures de dureté Rockwell (HRC) ou Vickers (HV) sont prises suivant une génératrice à partir de l'extrémité trempée suivant la distance  $x$  :

Avec  $x = 1,5,3,5,7,9,11,13,15,20,30,40,50$  (mm)

Désignée par  $J_x = J_{1,5}, J_3, J_5, J_7, J_9, \dots, J_n$

puis représentées par un graphique HRC ou HV = f(Jx) permettant d'estimer et d'évaluer la trempabilité de l'acier considéré.

Une bande de valeur dite bande Jominy dans laquelle il est tenu compte des dispersions dues aux ségrégations fait figure de référence pour les différentes nuances d'acier.



**Figure 1.3 :** Essai Jominy selon la norme (AFNOR 04.303)

## 2 - Méthode de Grossmann ou méthode de détermination de diamètre critique :

Grossmann proposa en 1942 une méthode pour lier quantitativement la trempabilité à la composition chimique de l'acier. Il caractérisa la trempabilité par le diamètre critique d'un rond de l'acier considéré qui, trempé dans un milieu donnant un échange thermique infini, acquiert à cœur une structure à 50 % martensitique (A. Constant (a) 1984).

La méthode revient à associer la dureté à une vitesse de refroidissement et elle peut être rattachée à la méthode de Jominy puisque toutes les deux se rapportent à la vitesse de refroidissement produisant une structure définie.

Le milieu idéal défini par Grossmann pour s'affranchir de l'effet du milieu de refroidissement est caractérisé par une sévérité de trempe infinie H :

$$H = \alpha / 2\lambda$$

Avec :  $\alpha$  : Le coefficient de transmission de la chaleur entre la pièce traitée et le milieu de trempe.

$\lambda$  : Conductivité thermique du métal.

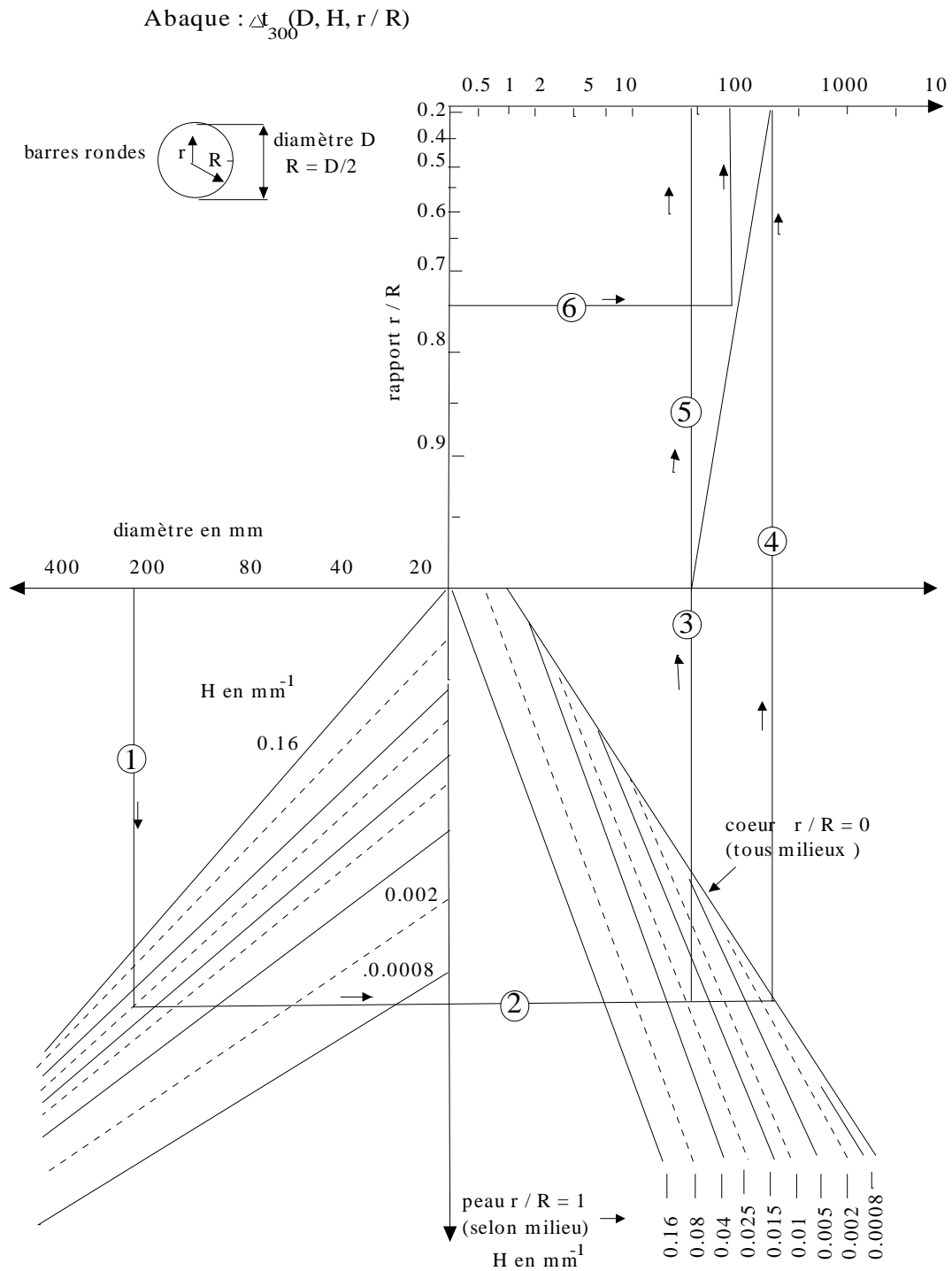
Les méthodes proposées pour relier entre les données tirées des analyses thermiques type Grossmann et celles tirées des courbes Jominy sont également intéressantes puisque toutes les deux se rapportent à la vitesse de refroidissement. C'est ainsi que l'analyse de Grossmann transposée pour permettre l'utilisation du paramètre  $\Delta t$ , autorise la construction d'un abaque qui, à partir du diamètre d'un produit cylindrique, permet, en tenant compte de la sévérité du milieu de trempe, de déterminer les valeurs du paramètre  $\Delta t$  caractérisant le refroidissement des différents points de la section dont la position est repérée à l'aide du rapport  $r/R$ , qui est le rapport de la distance du point au centre du rond sur le rayon du rond.

La figure 1.4 représente une méthode pratique de prévisions de la réponse d'un acier aux traitements thermiques, cet abaque permettant de déterminer les conditions de refroidissement (caractérisées par la durée de refroidissement entre 700°C et 300°C) des points (dont la position est définie par le rapport  $r/R$ ) de la section d'une barre ronde de diamètre  $D$  refroidie dans un milieu dont la sévérité de trempe est  $H$ .

**Chronologie des opérations de mesure :** le tracé de l'axe des diamètres pour déterminer tout d'abord la sévérité du milieu de trempe, cette dernière va nous définir deux points, le premier correspond au cœur du rond et le deuxième au milieu de trempe et à la peau du rond utilisé ; la projection de ces deux points permet de déterminer les valeurs du paramètre  $\Delta t$  caractérisant les conditions de refroidissement du cœur et de la peau du rond, ayant respectivement pour coordonnées  $r/R=0$  et  $r/R=1$ .

### 3 - Passage de la courbe Jominy a la courbe en U :

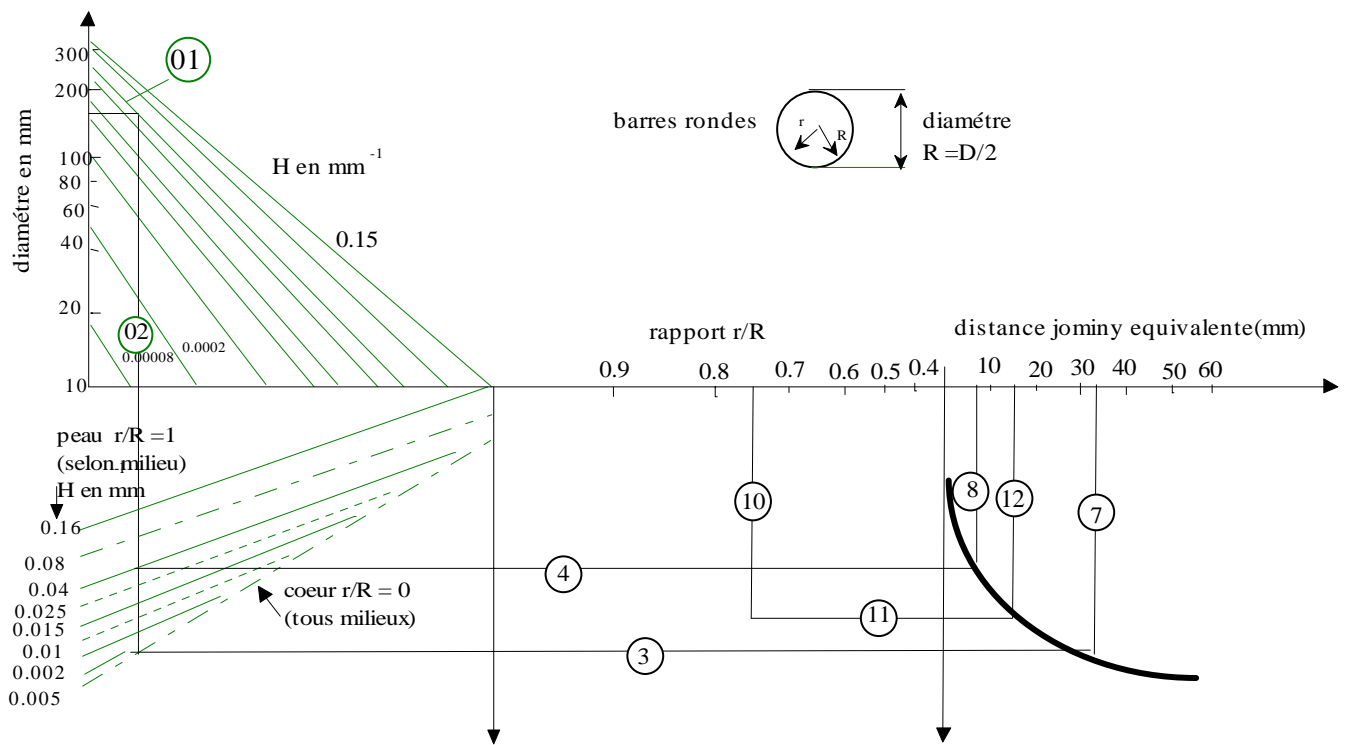
D'après G. Henry (1984), il est possible d'établir une correspondance entre les duretés de l'éprouvette Jominy et celle d'un acier rond trempé. L'utilisation d'un abaque (figure 1.5), qui consiste à tracer une ligne horizontale pour un diamètre de rond déterminé et à lire sur l'échelle des abscisses, en distance Jominy, la projection des intersections de cette ligne avec les courbes correspondant à la surface de la barre, puis à la profondeur de 5, 10 mm, ... etc., à partir de cette surface. Connaissant la courbe Jominy de l'acier considéré, on lit les duretés correspondant à ces différents points.



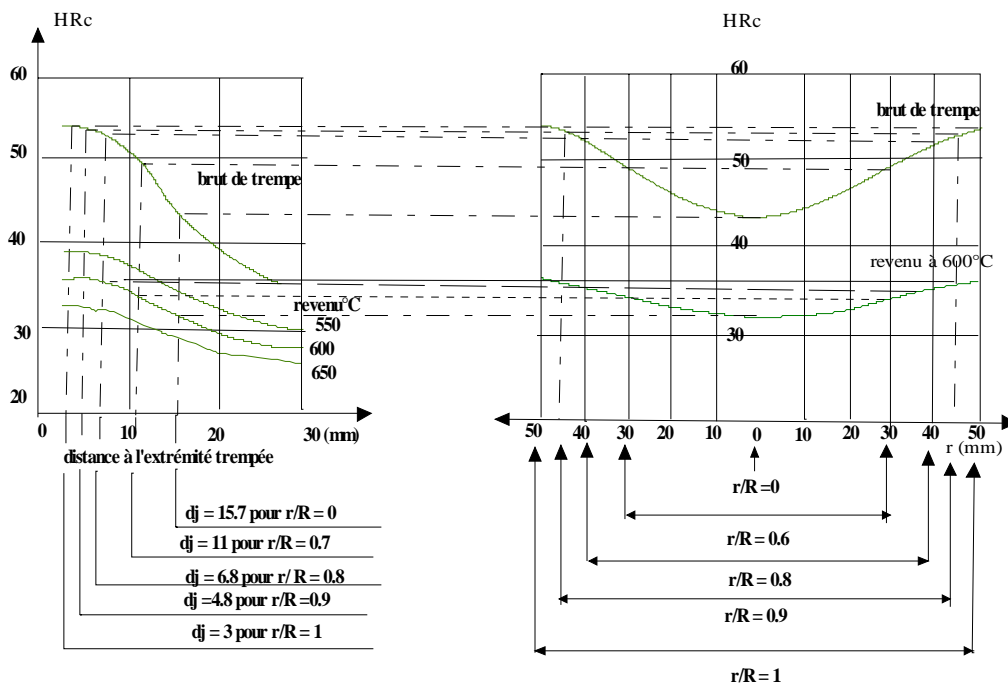
**Figure 1.4 :** Abaque permettant la détermination des conditions de refroidissement d'une barre ronde dans un milieu de sévérité de trempe (H G. Henry 1984)

### La sévérité de trempe H :

- Pour l'air : environ  $0.0008 \text{ mm}^{-1}$
- Pour les huiles : entre  $0.01$  et  $0.04 \text{ mm}^{-1}$
- Pour l'eau : entre  $0.04$  et  $0.16 \text{ mm}^{-1}$



1<sup>er</sup> étape du traçage de la courbe en U



2<sup>me</sup> et 3<sup>me</sup> étapes du traçage de la courbe en U

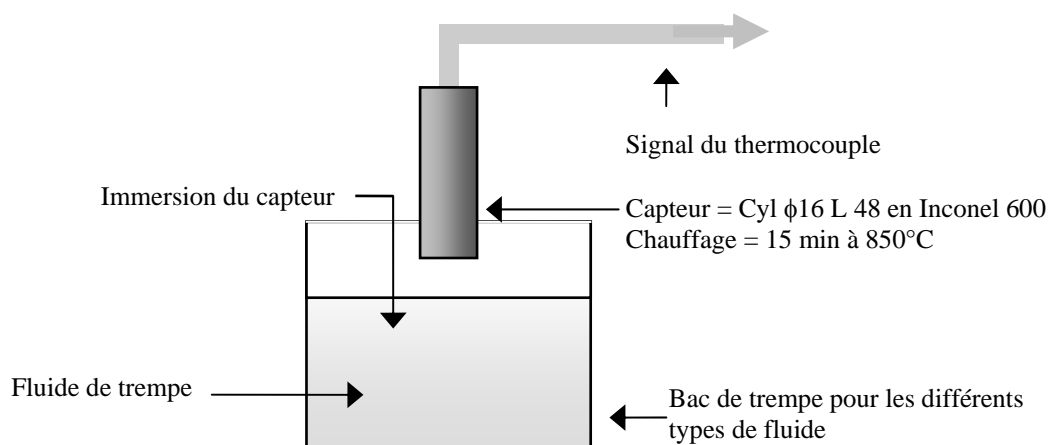
Figure 1.5 : Méthode de traçage des courbes en U (H.G. Henry 1984)

### I – 5 - Drasticité (pouvoir refroidissant) et Pouvoir trempant :

Une distinction s'impose entre ces deux termes :

- La drasticité est l'aptitude que présente un fluide à évacuer plus ou moins rapidement, les calories emmagasinées dans une pièce préalablement chauffée et immergée dans ce fluide.
- Le pouvoir trempant est l'aptitude à conférer à un alliage métallique des caractéristiques mécaniques désirées et d'obtenir des microstructures homogènes tout en respectant le minimum de déformations. Dans le cas des pièces en acier, on caractérise en posteriori :
  - Le niveau de dureté en surface et à cœur ;
  - Le profil de la profondeur durcie ;
  - La microstructure obtenue est-elle homogène ou hétérogène ;
  - Les déformations dimensionnelles subies.

En ce qui concerne la caractérisation du pouvoir refroidissant, il existe deux méthodes normalisées (D. Couratin 1998). Ces mesures de pouvoir refroidissant ou mesures de drasticité sont fondées sur le suivi de la température d'une éprouvette en Argent selon la norme AFNOR ou en INCONEL 600 selon la Norme ISO pendant la trempe (figure 1.6).



**Figure 1.6 :** Schéma d'un drasticimètre (D. Couratin 1998)

Dans les deux cas, le principe est le suivant : Immersion dans le liquide de trempe à tester d'une éprouvette cylindrique chauffée à haute température ; le couple thermoélectrique,

serti au centre de cette éprouvette, permet de suivre l'évolution de la température de cette dernière pendant toute la durée du refroidissement.

$T_c = f(t)$  : évolution de la température au centre de l'éprouvette en fonction du temps.

$T_c = \varphi \frac{(dT)}{(dt)_c}$  : évolution de la température au centre du capteur en fonction de la

vitesse de refroidissement.

tel que :  $\varphi$  est le flux de chaleur .

On admet, en raison de la faible inertie de l'éprouvette (conductivité élevée et faible masse), que les courbes ainsi obtenues, sont caractéristiques des transferts thermiques superficiels et donc du pouvoir refroidissant du liquide de trempe testé.

Les courbes de drasticité permettent de visualiser les points de transition qui délimitent les trois phases de déroulement du refroidissement. Leurs interprétations permettent de :

- Comparer différents liquides de trempe.
- Mesurer l'influence des différents constituants des liquides de trempe.
- Mesurer l'influence des différents paramètres de trempe (agitation, température, concentration, additifs, ...).
- Suivre l'influence de la dégradation des liquides de trempe en service (par les diverses pollutions) sur les caractéristiques mécaniques des pièces traitées.

Selon la norme ISO DIS/9950, le capteur est un cylindre en Inconel 600 normalisé, équipé en son centre d'un thermocouple et chauffé dans l'intervalle de température 850°C – 900°C puis trempé dans un volume bien défini selon le liquide de trempe utilisé (pour les huiles un volume de 800 ml) ; la température du liquide de trempe sera adaptée en fonction du type de liquide utilisé.

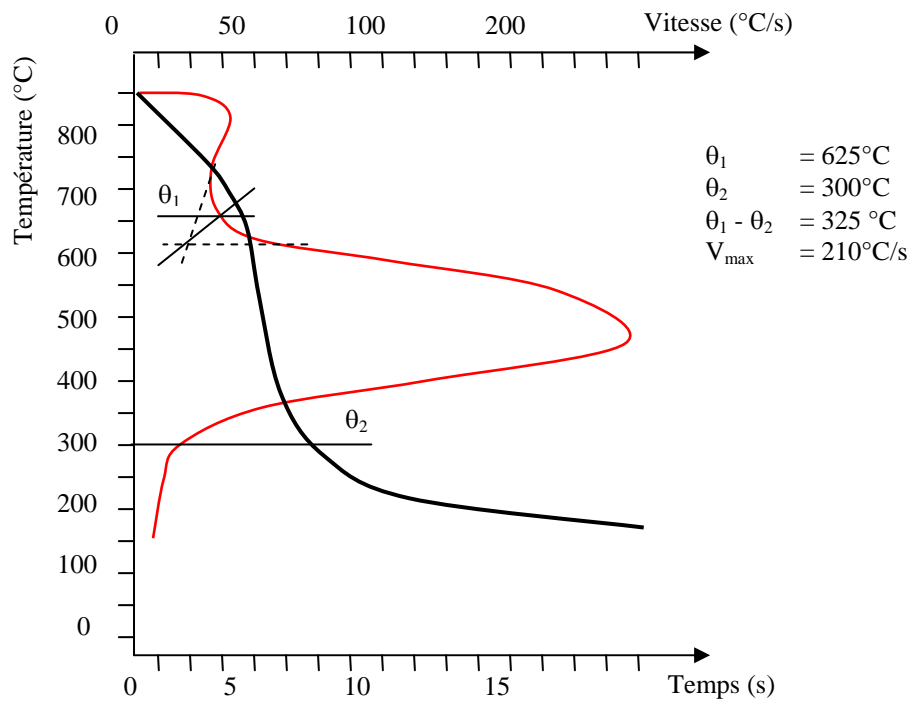
A l'aide des deux courbes enregistrées (courbe de refroidissement et vitesse de refroidissement), on définit les températures suivantes (figure 1.7) :

$T_1$  ou  $\theta_1$  : température de transition entre les phases de caléfaction - ébullition ;

$T_2$  ou  $\theta_2$  : température de transition entre les phases d'ébullition - convection ;

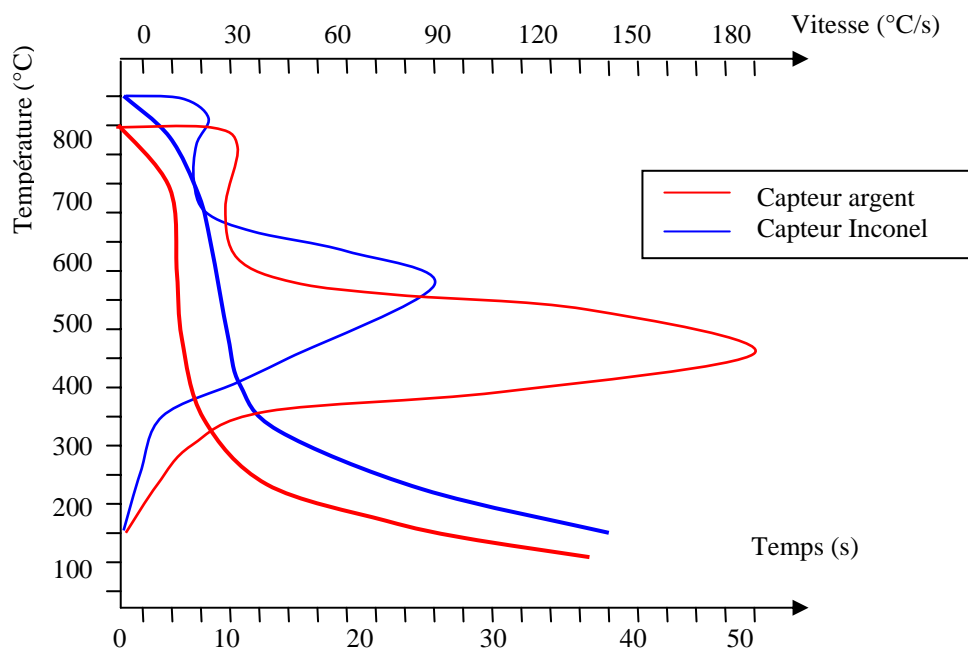
$V_{r \max}$  : vitesse de refroidissement maximale en °C/s;

$T_{Vr \max}$  : température à la vitesse de refroidissement maximale en °C .



**Figure 1.7 :** Détermination des points de transformation  $\theta_1$  et  $\theta_2$  (D. Couratin 1998)

Il est à noter que lorsqu'on parle de drasticité, il est nécessaire de savoir de quelle méthode il s'agit étant donné que les caractéristiques sont différentes (ne pas interpréter des courbes établies au capteur Inconel 600 comme des courbes établies avec un capteur en Argent, et vice versa). La figure 1.8 donne le comparatif des deux méthodes pour un même liquide de trempe :



**Figure 1.8 :** Comparaison entre les courbes de refroidissement d'un même liquide de trempe (D. Couratin 1998)

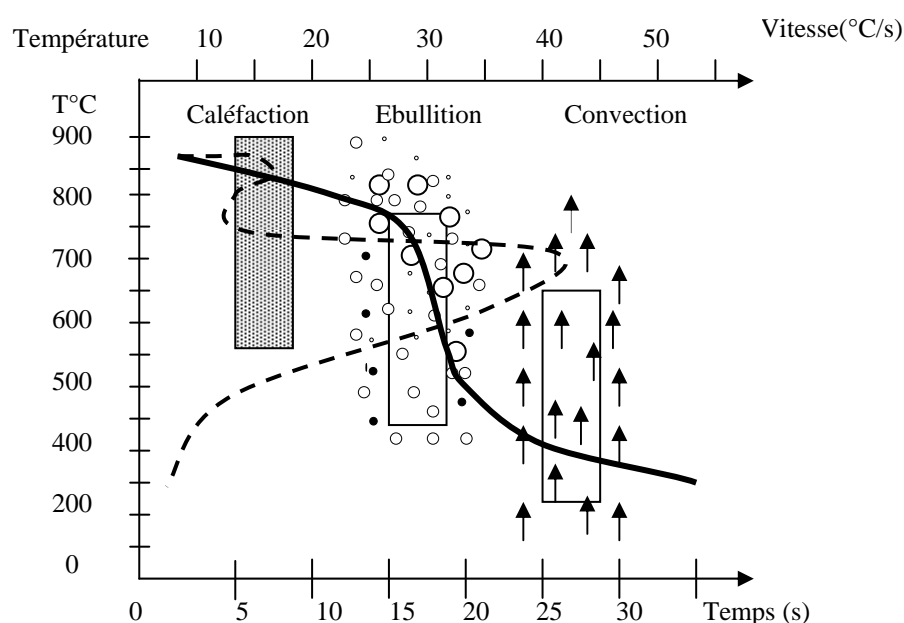
Les nombreuses études réalisées permettent d'établir de façon fiable une loi reliant les données cinétiques d'un liquide de trempe, établies par mesure de drasticité, et les résultats de dureté après trempe tel que :

- A  $\theta_1$  identique, le liquide de trempe ayant le  $\theta_2$  le plus bas aura le pouvoir trempant le plus fort, en ayant le risque d'entraîner des déformations plus importantes.
- A  $\theta_2$  identique, mais relativement bas, le liquide de trempe ayant le  $\theta_1$  le plus élevé aura le pouvoir trempant le plus fort.
- Plus le domaine d'ébullition sera étendu, plus les duretés à cœurs seront élevées, plus on risquera des problèmes de déformation.

### I – 6 - MECANISMES DE TREMPE :

Afin de pouvoir améliorer les caractéristiques mécaniques d'un alliage, sans y introduire des défauts tels que les déformations ou tapures, le métallurgiste utilise avec beaucoup de précautions un traitement thermique appelé la trempe. C'est la loi de refroidissement de l'alliage qui détermine les propriétés mécaniques de l'alliage; de ce fait, la connaissance des différents mécanismes intervenant durant le refroidissement est très importante.

Lorsqu'on plonge dans un liquide vaporisable une éprouvette préalablement portée à une température supérieure à la température de vaporisation du liquide, on peut observer durant le refroidissement trois phases distinctes (figure 1.9 ) (J.F. Sacadura 1980, D. Couratin 1998 et S. Segerberg 1987).



**Figure 1.9 :** Schéma des trois étapes de la trempe dans un liquide vaporisable (D. Couratin 1998)

### **I – 6 – 1 - Première phase de refroidissement (la caléfaction) :**

Lors de son immersion dans le liquide de trempe, la température de l'éprouvette est supérieure de plusieurs centaines de degrés par rapport au point d'ébullition du milieu de trempe, il se forme immédiatement entre le liquide de trempe et la surface de l'éprouvette une couche de vapeur (couche de caléfaction qui isole le liquide de trempe de la surface de l'éprouvette).

La transmission de la chaleur se produit alors par rayonnement et peu par conduction à travers ce film. Parmi les paramètres qui peuvent influencer la transmission de chaleur, on cite : la vitesse avec laquelle la couche liquide superficielle se renouvelle, l'épaisseur du film, sa stabilité, le pouvoir absorbant du milieu de trempe et sa conductibilité thermique en phase vapeur.

Parmi les facteurs qui ont fait l'objet d'études systématiques (D. Couratin 1998, Y. Dardel 1963, S. Segerberg 1985 et 1987), on trouve :

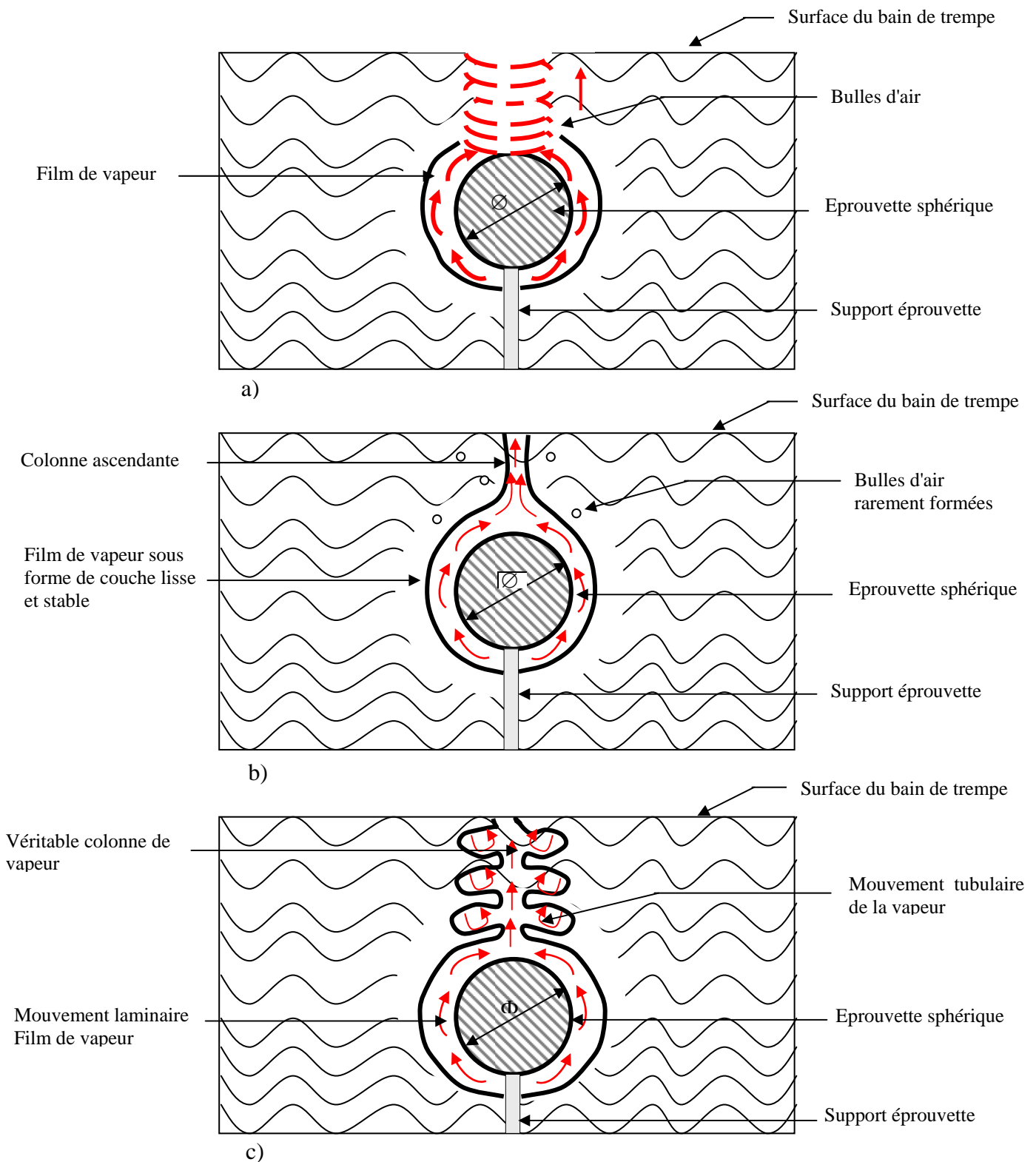
#### **I – 6 - 1 - 1 – La viscosité du liquide de trempe :**

**A -** Lorsque la viscosité du liquide de trempe est faible, la vapeur se déplace le long de l'éprouvette et se rassemble à la partie supérieure sous forme de larges bulles qui se détachent et gagnent la surface du bain de trempe (figure 1.10 - a).

**B –** Quand la viscosité du liquide de trempe est très élevée, la couche limite vapeur – liquide est stable. Le liquide qui entoure le film de vapeur est animé d'un mouvement laminaire l'amenant à se rassembler à la partie supérieure de l'éprouvette et de là, à gagner la surface du bain de trempe. Le film de vapeur ne donne que rarement des bulles susceptibles de se détacher de la surface de l'éprouvette (figure 1.10 - b).

**C –** Lorsque la viscosité du liquide de trempe est comprise entre celles des bains considérés dans les deux cas précédents (A et B), il peut se former une véritable colonne de vapeur au-dessus de l'éprouvette, le film de vapeur entourant l'éprouvette se trouve limité par une couche liquide animée d'un mouvement laminaire, quant à la couche de liquide qui enveloppe la colonne ascendante, elle est animée d'un mouvement très légèrement turbulent (figure 1.10 - c).

Ces constatations (A,B et C) mettent en évidence l'influence de la viscosité sur la formation du film de vapeur et par suite, sur la sévérité des milieux de trempe.



- a) Milieu de trempes à viscosité faible;
- b) Milieu de trempes à viscosité très élevée;
- c) Milieu de trempes à viscosité moyenne "intermédiaire entre le cas a et b".

**Figure 1.10** : Influence de la viscosité sur les différents mécanismes de trempes

Cependant, la viscosité n'est pas le seul facteur agissant, car si d'importants écarts de viscosité présentent les effets qui viennent d'être décrits, des milieux de trempe dont la viscosité est sensiblement la même peuvent avoir des sévérités de trempe nettement différentes.

L'étude comparative des vitesses de refroidissement dans de l'eau distillée, dans de l'eau du robinet, dans des solutions aqueuses de pectine et dans de l'huile a donné les résultats suivants : L'eau qu'elle soit distillée, qu'elle provienne du robinet ou qu'elle contienne des sels, présente toujours à peu près la même viscosité. Cependant, le film de vapeur de l'eau distillée est beaucoup plus stable que celui de l'eau du robinet (figure 1.11) et à plus forte raison que celui de l'eau à laquelle on a ajouté intentionnellement des sels organiques tels que NaCl. De même, la sévérité de trempe des solutions aqueuses de 5 à 15 % de polymère (pectine) est semblable à celle de l'huile de navette et cependant, la viscosité de ces solutions est peu différente de celle de l'eau.

**I – 6 - 1 - 2 – La différence de température entre le liquide de trempe (bain) et sa température de vaporisation :** Pour un bain donné, la stabilité du film de vapeur dépend aussi de la différence de température existant entre le bain de trempe et sa température de vaporisation. Plus cette différence est faible et plus le film de vapeur est stable (figure 1.11).

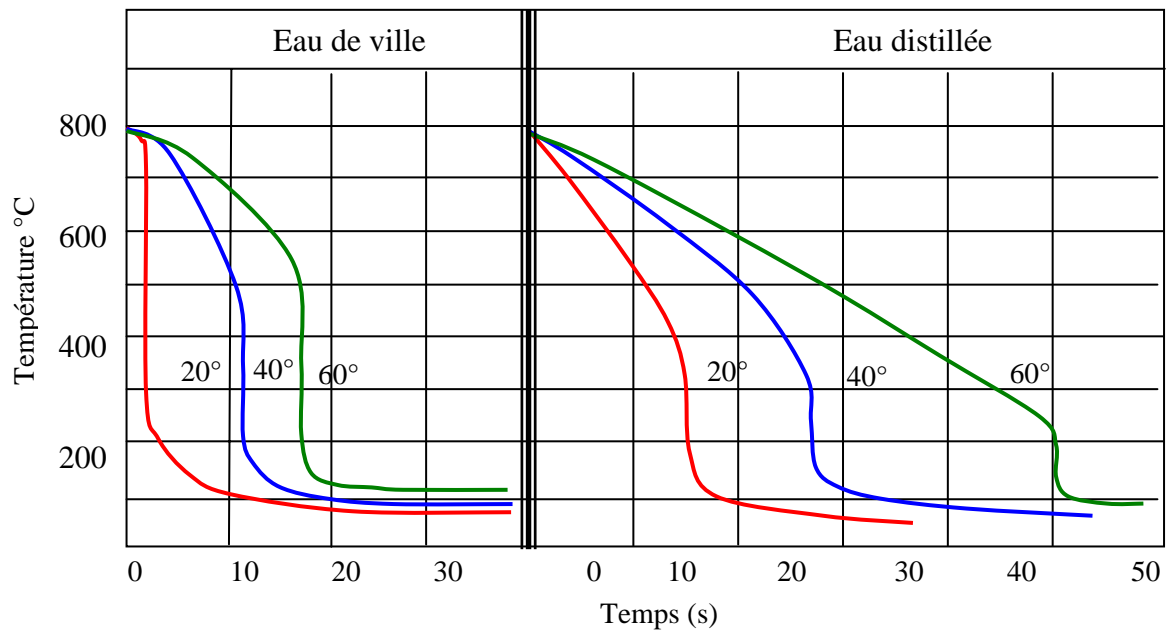
**I - 6 - 1 - 3 – Etat de surface de l'éprouvette :** La stabilité du film de vapeur est fonction de l'état de surface de l'éprouvette. D'après **French** (Y. Dardel 1963) l'usinage de profonds sillons, auxquels peuvent adhérer les bulles de vapeur, augmente la stabilité du film et réduit la sévérité de trempe du bain.

**I – 6 - 1 - 4 – Les enduits :** L'application d'une mince couche d'enduit (ex : argile) peut empêcher la formation d'un film stable de vapeur comme l'ont prouvé les essais de **Sato** (Y. Dardel 1963) (figure 1.12). Le refroidissement se produit alors dès le début, suivant le mécanisme décrit dans le paragraphe concernant la deuxième phase de refroidissement et la sévérité du bain se trouve considérablement augmentée.

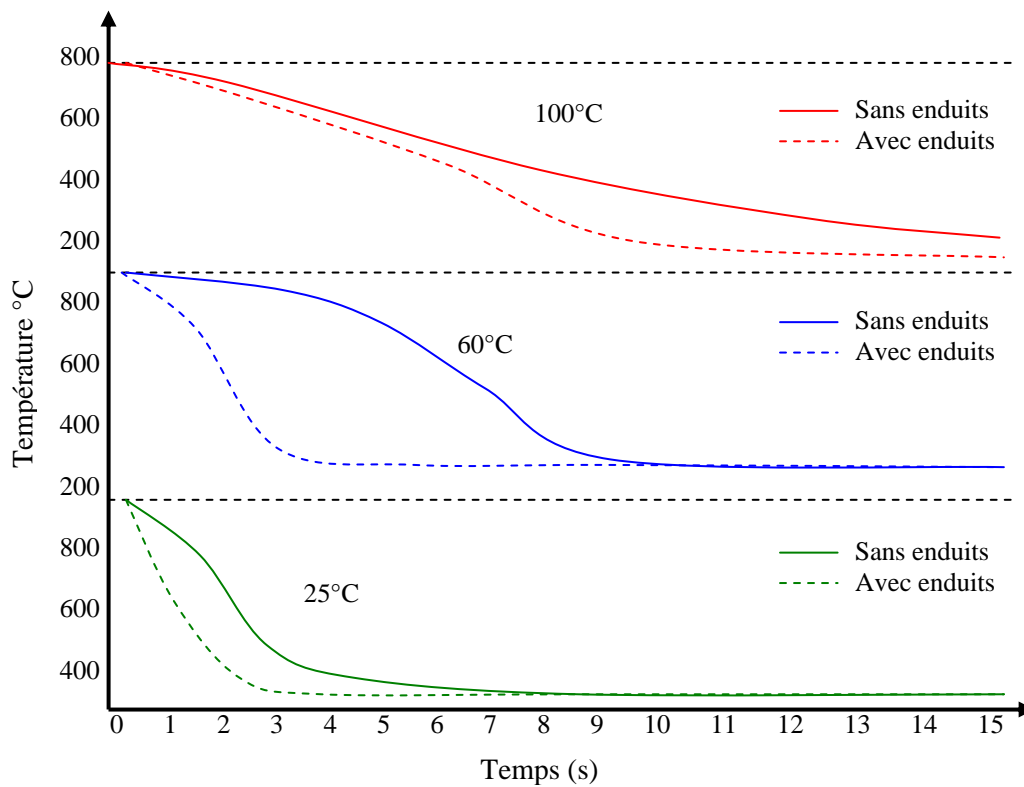
**I – 6 - 1 - 5 - Constitution chimique du bain :** Quant à la constitution chimique du milieu de trempe, elle a été souvent observée; **French** (Y. Dardel 1963) a montré que l'addition de 5% d'huile visqueuse à de l'huile trente cinq fois plus fluide augmentait le sévérité de trempe.

**I – 6 - 1 - 6 – Quantité de chaleur absorbée par le liquide de trempe :** Enfin, **Speith** et **Lange** (Y. Dardel 1963) ont expérimentalement montré que la quantité de chaleur éliminée par vaporisation au cours de la première phase de refroidissement était négligeable par rapport à la deuxième et à la troisième phase de refroidissement; les résultats obtenus des essais montrent que : environ 27 calories étaient éliminées par vaporisation au cours de cette phase

de refroidissement (caléfaction), alors que pendant le même temps le liquide de trempe avait absorbé au total de l'ordre de 1000 cal.



**Figure 1.11 :** Influence de la température sur les courbes de refroidissement d'une sphère d'argent (Y. Dardel 1963)



**Figure 1.12 :** Influence des enduits sur les courbes de refroidissement pour différentes températures de bain de trempe (Y. Dardel 1963)

### **I – 6 - 2 - Deuxième phase de refroidissement (l'ébullition) :**

Lorsque la quantité de chaleur fournie par l'éprouvette devient inférieure à celle que le milieu de trempe est susceptible d'absorber par rayonnement et conduction, la couche de vapeur se trouve absorbée par le liquide qui vient au contact de l'éprouvette; le refroidissement est provoqué par l'ébullition du milieu de trempe au contact de la pièce. La transmission de chaleur s'effectue par vaporisation; la vitesse de refroidissement est maximum durant cette période.

On divise généralement cette seconde phase de refroidissement en deux parties correspondant à deux processus d'ébullition différents :

#### **I – 6 - 2 - 1 - Ebullition explosive ou transitoire :**

A la fin de la première phase de refroidissement, lorsque la couche de vapeur (couche de caléfaction) disparaît, la formation d'une nouvelle quantité de vapeur se produit de façon explosive. L'augmentation subite du volume de la couche qui entoure l'éprouvette produit autour de cette dernière une sorte d'émulsion d'eau et de vapeur (figure 1.13 - a). Une partie de vapeur s'échappe vers la surface, tandis que le reste se condense petit à petit. Le volume de la zone émulsionnée diminue alors jusqu'à disparaître totalement (figure 1.13 - b). A cet instant, le phénomène se répète. La vitesse de refroidissement est alors maximale et reste constante pendant un court intervalle de temps.

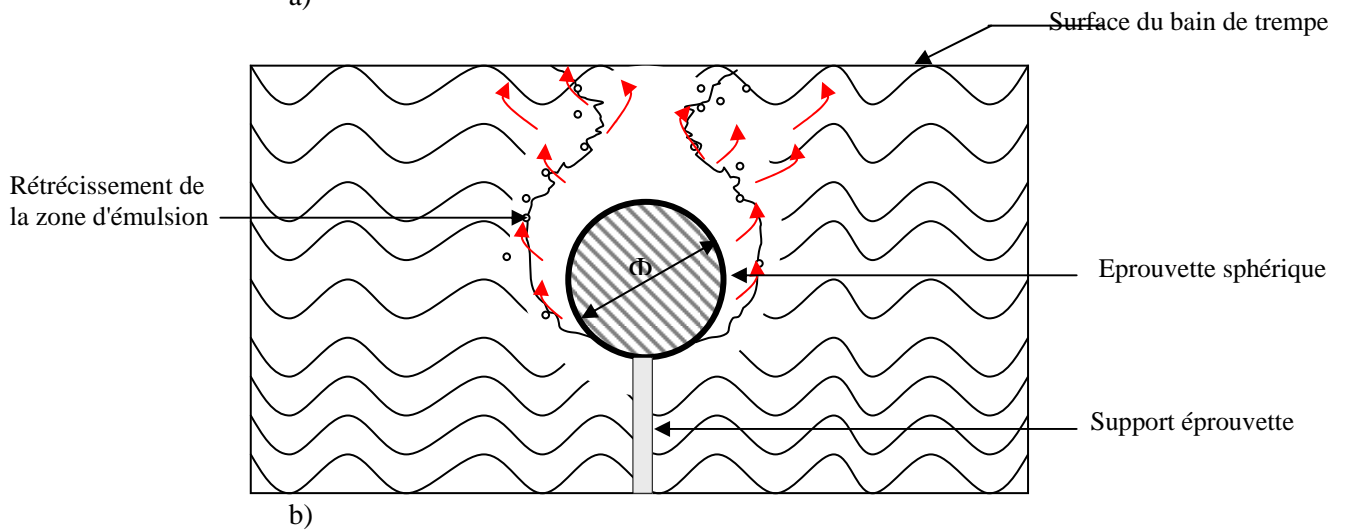
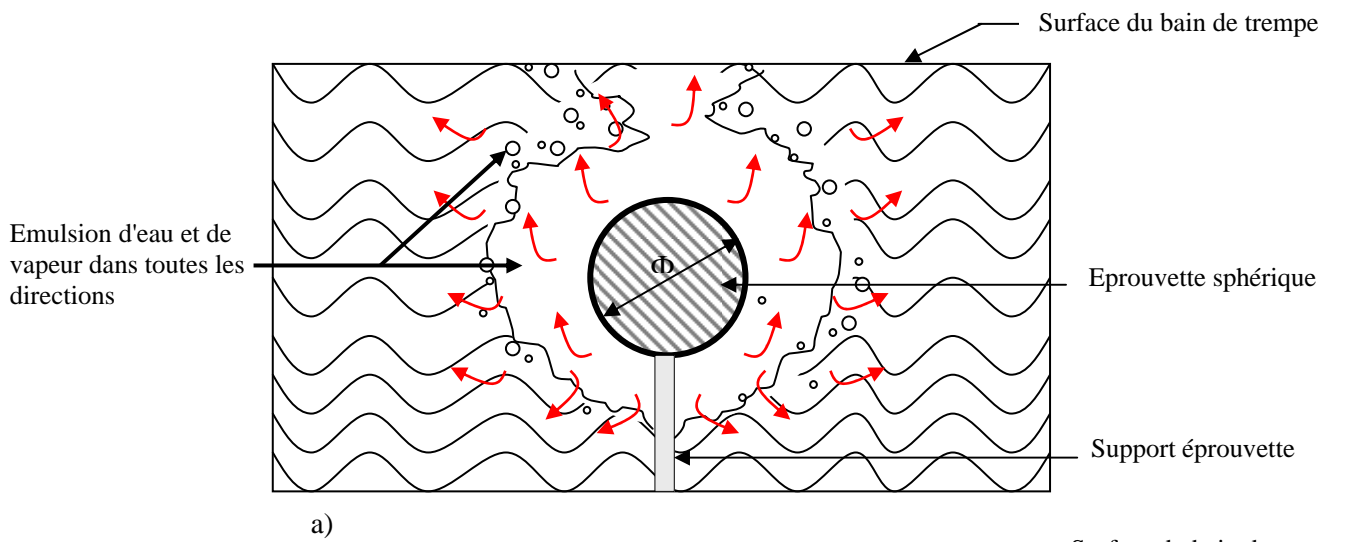
#### **I – 6 - 2 - 2 - Ebullition par germe :**

Lorsque la température de la surface de l'éprouvette a légèrement diminué, l'ébullition explosive fait place à l'ébullition par germe.

Les bulles de vapeur prennent naissance sur des germes constitués par les irrégularités de la surface de la pièce, les impuretés des bains de trempe, ...etc.

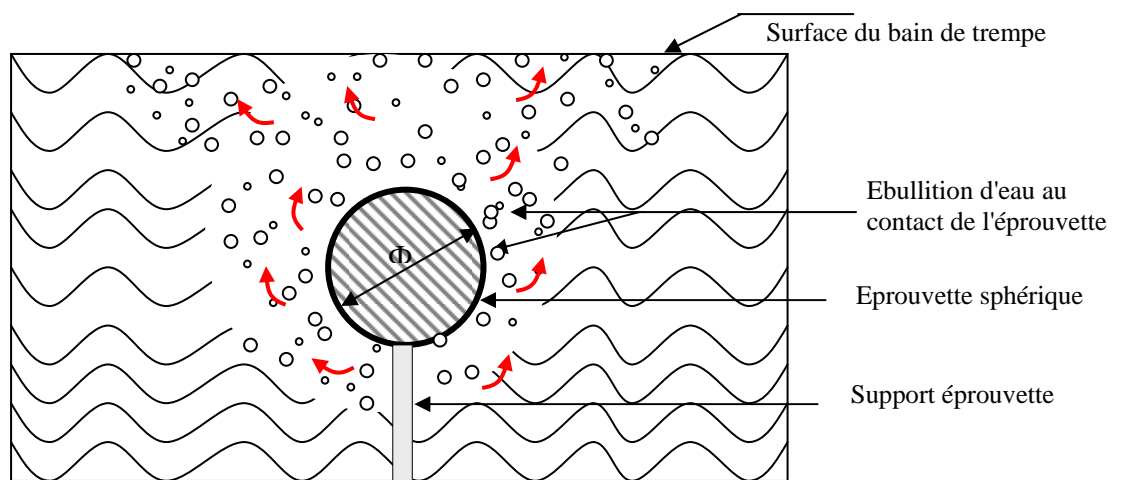
La formation de vapeur ne se produit plus de façon explosive. Le liquide bout régulièrement au contact de l'éprouvette ; les bulles de vapeur abandonnent la surface de l'éprouvette pour gagner celle du liquide (figure 1.14).

Cette seconde phase de refroidissement cesse dès que la température de l'éprouvette atteint la température de vaporisation du liquide. Cependant, à la fin de cette phase, on peut encore voir des bulles à la surface de l'éprouvette. Ces bulles sont formées par les gaz dissous dans le milieu de trempe. Elles sont d'autant plus grosses et d'autant plus nombreuses que le milieu de trempe contient plus de gaz en dissolution.



a) Ebullition à haute température b) Ebullition à basse température

**Figure 1.13 : Ebullition explosive**



Le refroidissement de l'éprouvette provient de la chaleur de vaporisation absorbée par le liquide. Quant à la vitesse avec laquelle ce phénomène se produit, il est évident qu'elle dépend de la viscosité du milieu de trempe.

### **I – 6 - 3 - Troisième phase de refroidissement (la convection) :**

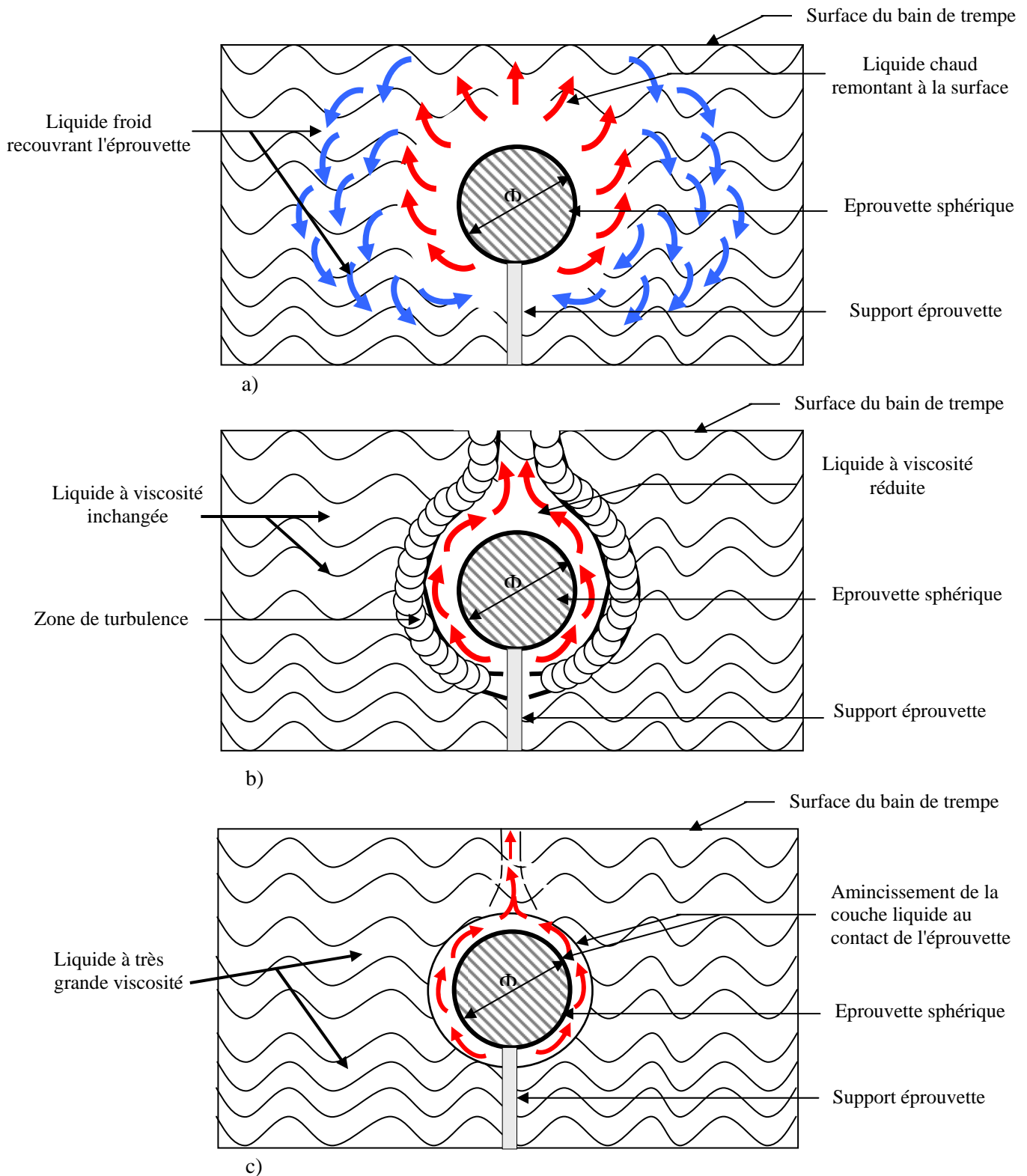
Lorsque la température de l'éprouvette est inférieure à la température de vaporisation du liquide de trempe, le refroidissement se fait par convection. Celui-ci, dépend de nombreux facteurs, le plus important est la viscosité.

Lorsque la viscosité du milieu de trempe est faible, il se forme une importante zone de turbulence autour de l'éprouvette (figure 1.15 - a). Le liquide, au contact de l'éprouvette, paraît rejeté vers le bain. Comme sa température est supérieure à la température moyenne du liquide de trempe, il finit par gagner la surface du bac. Le liquide rejeté vers la surface du bain est remplacé par du liquide froid. Le refroidissement est d'autant plus rapide que la turbulence est plus importante, autrement dit, que la viscosité du bain de trempe est plus faible.

Avec un milieu de trempe très visqueux (figure 1.15 - b), le mécanisme de refroidissement est différent. En effet, alors que la température n'a que peu d'influence sur la viscosité des milieux très fluides, tel que l'eau, elle diminue considérablement celle des milieux très visqueux. Quand on plonge dans un liquide visqueux une éprouvette chaude, la viscosité de la couche liquide au contact de l'éprouvette diminue. Le mouvement relatif du liquide de viscosité réduite par rapport au liquide dont la viscosité est restée inchangée, crée une zone de turbulence. Le liquide dont la viscosité est réduite s'écoule vers le haut.

La principale différence qui existe entre un milieu de trempe de faible viscosité et un autre de plus grande viscosité est due à la différence d'aspect des zones de turbulence. Dans le premier cas, le liquide réchauffé se trouve rejeté dans toutes les directions avant de regagner la surface du bain de trempe (figure 1.15 - a). Par contre, dans le second cas, la zone de turbulence est très mince et le liquide réchauffé ne quitte pas la surface de l'éprouvette avant de se diriger vers la surface du bain (figure 1.15 - b).

Lorsque la viscosité du milieu de trempe augmente encore, l'épaisseur de la couche liquide au contact de l'éprouvette diminue. En outre, le mouvement des particules de cette couche devient laminaire (figure 1.15 - c). Seule la partie du liquide en contact direct de l'éprouvette se trouve réchauffée. La sévérité de trempe est alors minimale. La conductibilité calorifique de ce milieu exerce alors une influence qui cesse d'être négligeable.



a) Liquide de trempe à faible viscosité    b) liquide de trempe à grande viscosité  
c) Liquide de trempe à très grande viscosité

**Figure 1.15 :** phase de convection selon la viscosité du milieu de trempe

## **I – 7 - DIFFERENTS MILIEUX DE TREMPE :**

Un milieu de trempe est caractérisé par sa capacité de refroidir un solide de sa température de chauffage (température d'austénitisation) jusqu'aux températures les plus basses, en évacuant les calories qu'il a emmagasiné pendant la période de chauffage et de maintien afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques des pièces traitées, et les adapter à leurs multiples utilisations industrielles.

### **I – 7 – 1 - Choix du milieu de trempe :**

D'après J. Niard (1985) et N. Bouaouadja (1992), un milieu de trempe doit assurer le refroidissement dans toute la section des pièces traitées, et obtenir une structure martensitique sans produire de défauts tels que les tapures, les déformations, les contraintes résiduelles ...etc. Le meilleur milieu de trempe est celui qui au premier stade de refroidissement se fait à grande vitesse (très énergétique) dans l'intervalle de température  $\gamma - M_s$  (figure 1.2). Ceci permet d'étouffer la décomposition de l'austénite dans le domaine des transformations perlitique et intermédiaire ; au second stade, un refroidissement moins énergétique vers les basses températures dans le domaine de la transformation martensitique  $M_s - M_f$ . Une grande vitesse de refroidissement dans l'intervalle martensitique est indésirable car elle accroît les contraintes résiduelles et produit des tapures.

Parmi les milieux de trempe les plus utilisés, on cite : l'eau, les huiles, les gaz, l'air, les solutions aqueuses des sels et plus récemment les solutions aqueuses à base de polymères, ...etc. Le choix du milieu de trempe dépendra de plusieurs paramètres, parmi eux on cite : la nuance des pièces à traiter (son aptitude à subir la trempe), la structure désirée après traitement, l'état de surface des pièces traitées, ...etc.

### **I – 7 - 2 - L'EAU :**

L'eau est le liquide de trempe idéal tant au point de vue refroidissement énergétique, économique et facilité de mise en œuvre. Son principal inconvénient est son pouvoir refroidissant trop élevé qui est responsable de l'apparition de déformations et de défauts de trempe. D'autre part, son comportement au cours de la trempe peut être mal maîtrisé en cas de variation importante de la température qui conduit à une instabilité de la phase de caléfaction.

### **I – 7 - 3 - LES HUILES DE TREMPE :**

De part son pouvoir trempant plutôt faible, ce liquide est très utilisé sur les aciers sensibles aux défauts de trempe. L'huile est choisie suivant sa drasticité. Ces qualités

dépendent de nombreux facteurs liés à son origine (huile de base minérale, synthétique, animale,...), à sa viscosité, à la variation de la viscosité avec la température et aux additifs, et à son mode de raffinage (J. Mansson 1976).

### **I – 7 - 3 – 1 - Nature des huiles de base :**

Les huiles de base sont classées en trois grandes familles (G.Beck 1975 et N. Guechtouli 1999):

#### **1. Huiles paraffiniques :**

Pour ces huiles, la durée de la première phase de refroidissement (caléfaction) varie très peu avec la température du bain, donc avec sa viscosité, elle dépend surtout de la nature de l'huile utilisée.

#### **2. Huiles naphéniques :**

Elles se distinguent par leur faible viscosité, mais leurs propriétés thermocinétiques sont sensiblement identiques.

#### **3. Huiles aromatiques :**

Il s'agit de sous produits de traitement au solvant des huiles lubrifiantes. Leurs inconvénients majeurs résultent de leur indice de viscosité très faible.

### **I – 7 - 3 – 2 - Influence des additifs sur le comportement des huiles de trempe :**

En fonction des caractéristiques recherchées, les huiles de trempe sont améliorées par additivation. D'après D. Couratin (1998), on classe généralement ces éléments d'addition en cinq grandes familles :

1 – Les antioxydants : ils protègent les huiles de trempe contre l'oxydation en service.

2 – Les compounds ou matières grasses : ils augmentent la mouillabilité de l'huile et la sensibilité à l'eau et à l'oxydation se répercutant sur la tenue de l'huile en service.

3 – Les accélérateurs : ils augmentent la drasticité de l'huile en modifiant les températures de transition  $\theta_1$  et  $\theta_2$  (figure 1.7).

4 – Les détergeants dispersants : ils maintiennent en suspension les impuretés, diminuent la formation de boues au fond des bacs et augmentent (élargissent) le domaine d'ébullition.

5 – Les émulseurs : ils améliorent le pouvoir refroidissant de l'huile, la sensibilité à l'eau et facilitent le nettoyage des pièces traitées.

6 - Les additifs sont soit volontaires, soit accidentels. Les additifs volontaires peuvent se classer en deux catégories :

- La première catégorie permet de modifier la courbe de refroidissement des pièces trempées, en particulier, d'obtenir une ébullition à basse température. l'effet de l'additif sur le refroidissement des pièces est favorable, puisqu'il permet un refroidissement nettement plus rapide ; d'autre part, les additifs favorisent une phase de caléfaction plus brève qui disparaît à une température de surface de la pièce voisine de 600°C. Ces additifs ne permettent pas de modifier de façon appréciable la température de début de la convection naturelle (troisième phase de refroidissement).
- La deuxième catégorie a un rôle spécifique sur certains facteurs tels que l'oxydation des huiles, l'apparition de dépôts ou de boues, le moussage d'huile ou encore pour faciliter sa mise en émulsion. Ces additifs sont présents dans la plupart des huiles de trempe.

Les additifs accidentels sont souvent constitués d'eau, ils concernent donc surtout les huiles froides, puisque au-dessus de 100°C, l'eau est rapidement éliminée.

#### **I – 7 - 4 - LES SOLUTIONS AQUEUSES A BASE DE POLYMERES :**

D'après S. Sgerberg (1987), F. Moreaux (1987), P. Marti (1989) et G. Schanne (1996), un polymère est défini en tant que longue molécule construite par la répétition de petite et simple unité chimique appelée monomère ; par exemple, la synthèse d'un polymère : polysodium-acrylate ACR, est réalisée de la répétition d'un monomère sodium acrylate. D'autres familles importantes de polymères sont synthétisées de la même manière. Le polysodium-acrylate est un homopolymère car étant synthétisé à partir d'un seul monomère. Si le polymère est synthétisé à partir de plus d'un monomère, il est alors désigné en tant que copolymère. Le polyalkylène-glycol (PAG) est un exemple de copolymère dérivé de deux unités monométriques : de l'oxyde d'éthylène et de l'oxyde de propylène.

#### **I – 7 - 4 – 1 - Avantages et inconvénients des liquides de trempe aux polymères :**

A – Les principaux avantages des liquides de trempe à base de polymères, en comparaison avec les autres liquides de trempe (J. P. Andriollo – 1996) sont :

- Pas de risque d'incendie ;
- Pas d'émission de fumées toxiques ;
- Rinçage des pièces à l'eau froide après trempe ;
- Produit transportable et stockable sans contraintes (sans danger) ;
- Possibilité de trempe des aciers faiblement alliés ;
- Plus grande flexibilité du pouvoir de refroidissement ;

- Bilan économique favorable et ceci d'autant plus que la concentration en polymère est faible.

B – Les plus importants inconvénients des liquides de trempe aux polymères sont :

- Contrôle de la viscosité en fonction du rapport quantité trempée et volume du bain ;
- Agitation du bain permettant un brassage homogène (vitesse  $\geq 0.3$  m/s, idem pour l'huile) ;
- Système de refroidissement du bac (idem pour l'huile) ;
- Contrôle périodique du taux de contamination bactérienne du bain de trempe ;
- Contrôle périodique des pertes en polymère des solutions de trempe (drag out), afin de réajuster leurs concentrations.

### **I – 7 - 5 - LES GRANDES FAMILLES DE POLYMERES POUR LA TREMPÉ :**

D'après S. Segerberg (1985 et 1996) et H.E. Boyer (1998), les polymères destinés pour la trempe sont des solutions de polymères organiques solubles dans l'eau contenant des inhibiteurs de corrosion et d'autres additifs (antimousse, bio-stabilité, anticorrosion, ...). Ils se présentent sous la forme d'un concentré qui sera plus ou moins dilué dans l'eau afin de fournir une solution prête à l'emploi.

Différents types de polymères organiques peuvent être utilisés en traitement thermique :

- Les PAG : Polyalkylènes-glycol
- Les PEG : Polyéthylènes-glycols
- Les ACR : Sodium-polyacrylate
- Les PVP : Polyvinyl-pyrrolidone
- Les PEO : Polyéthyl-oxazoline

Chaque technologie (famille) de polymère présentera des propriétés de trempe différentes.

Une grande flexibilité au niveau des caractéristiques de trempe est possible par le biais d'une sélection de la famille de polymère, de la concentration choisie ainsi que de la température et du degré d'agitation de la solution.

Le succès d'une solution de trempe polymérique dépendra de plusieurs facteurs tels que la trempabilité de l'acier, des caractéristiques métallurgiques recherchées, l'épaisseur de la pièce, sa forme, son état de surface, le type de four choisi et la morphologie du bac de trempe.

### **I – 7 - 5 – 1 - Les Polyalkylènes-glycol :**

La première raison ayant conduit à la préconisation des PAG pour la trempe par immersion est la suppression des fumées, des projections et des risques d'incendie associés à la trempe des huiles, ainsi que du plus grand choix des vitesses de trempe combinée à la diminution des coûts du procédé de fabrication. Les PAG sont applicables à une grande variété d'aciers incluant les aciers au carbone, aciers d'application générale, aciers peu ou moyennement alliés, aciers alliés au bore, aciers à ressort. La variété des pièces traitées peut aller de très petites (circlips, aiguilles, vis, ...), jusqu'à de grosses pièces de plusieurs tonnes. Les PAG peuvent être utilisés dans de nombreux types de fours tels que les fours poussants, les fours à bac de trempe ouvert, ... ; mais une étude préliminaire est nécessaire afin de déterminer l'influence et la conformité des divers paramètres tels que la température du bain, le degré d'agitation, et le degré de concentration du bain de trempe en polymère.

D'après R. Ross (1981) et E. Mueller (1983), les Polyalkylènes-glycol présentent la propriété de solubilité inverse dans l'eau. Ils sont complètement solubles à l'ambiante mais insolubles à température élevée. La température de solubilité inverse peut varier de 60 à 90°C suivant la structure chimique du PAG. Ce phénomène de solubilité inverse modifie les trois étapes conventionnelles du mécanisme de trempe.

***Pour la phase 1 :*** Quand une pièce chaude est immergée, la solution à proximité immédiate de la surface du métal est chauffée au-delà du point de solubilité inverse. Le polymère devient insoluble et une pellicule stable et uniforme de polymère concentré se dépose sur la surface de la pièce. C'est une période de faible refroidissement analogue à la phase de caléfaction d'une huile. La stabilité et la durée du film de polymère formé dépendront de la température, de la concentration et du degré d'agitation de la solution.

***Pour la phase 2 :*** La stabilité du film de la phase 1 diminuant, combinée avec un apport de solution froide au contact de la surface chaude, conduira à une phase d'ébullition nucléée et à un plus grand échange thermique entre la pièce et le milieu de trempe.

***Pour la phase 3 :*** Tant que la phase 2 d'ébullition persiste, le refroidissement s'effectue par conduction et convection à travers la solution. Quand la température de la surface de la pièce chute sous celle du point de solubilité inverse, le polymère se redissout formant à nouveau une solution homogène.

## **I – 7 - 5 – 2 – Paramètres influençant les vitesses de refroidissement des PAG :**

### ***1 - La concentration :***

Plus la concentration du bain en polymère est élevée plus l'épaisseur du film qui se déposera sur la surface de la pièce est grande pendant la trempe, la vitesse maximale de refroidissement du bain ainsi que le refroidissement dans la phase de convection diminuent. Mais sous de bonnes conditions d'agitation, la phase de caléfaction sera considérablement atténuée voir éliminée ; dans ce cas de figure, l'effet de la concentration n'a quasiment pas d'influence.

Pour les solutions avec des concentrations de l'ordre de 5% de PAG, on constate une augmentation de la mouillabilité à la surface de la pièce amenant ainsi à un refroidissement plus uniforme, évitant les problèmes des points doux associés à la trempe à l'eau et fournissant des propriétés anticorrosion.

Les solutions avec des concentrations de 10 à 20% de PAG, sont des solutions ayant une vitesse de refroidissement intermédiaire entre l'eau et les huiles, destinées aux pièces à mauvaise trempabilité ou nécessitant des caractéristiques mécaniques élevées.

Les solutions de 20 à 30% de PAG, ont des vitesses de refroidissement applicables aux pièces ayant des morphologies présentant de fort risque de déformations ou tapures (angles vifs, différences d'épaisseurs dans une même pièce, ...).

### ***2 – La température :***

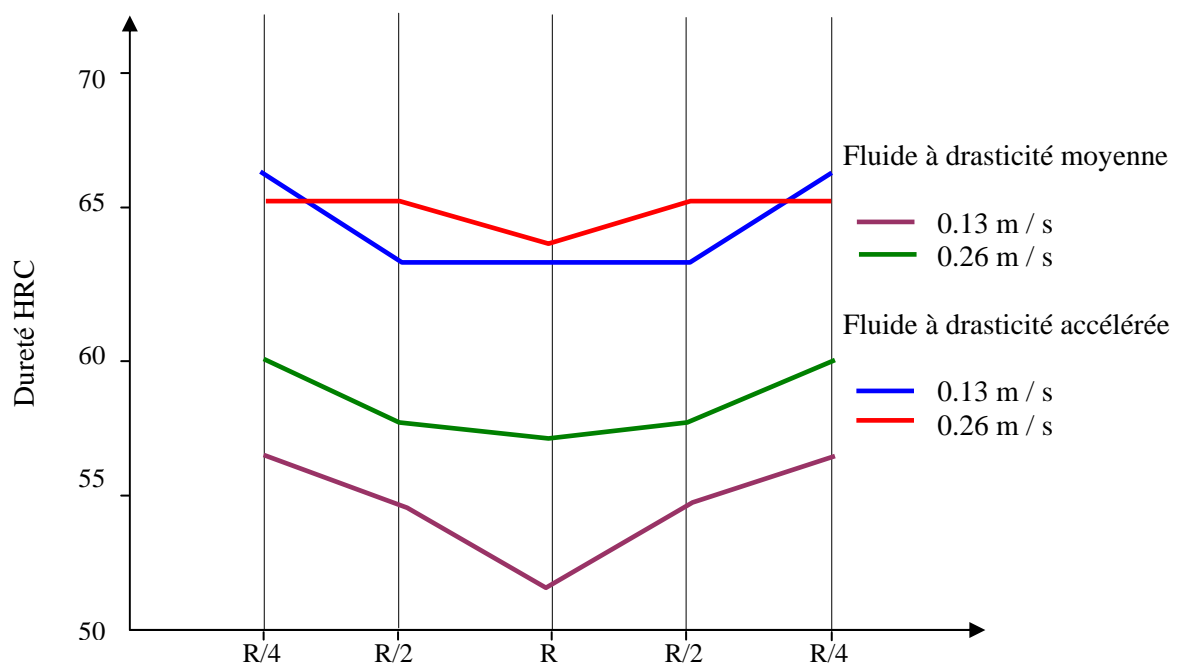
L'augmentation de la température du bain conduira à une diminution de la vitesse maximale de refroidissement, mais il ne faut à aucun moment dépasser 55°C (une température généralement préconisée pour ce type de famille de polymère) afin d'éviter d'atteindre le point de solubilité inverse de la solution.

### ***3 – L'agitation :***

L'agitation a un effet primordial sur la vitesse de trempe quel que soit le type de polymère utilisé. Elle assure une distribution homogène de la température dans le bac de trempe et autour des pièces (régularité de l'épaisseur du film) et réalise un refroidissement uniforme (figure 1.16) évitant les points mous et les déformations des pièces au cours de la trempe. Elle aura de plus une forte influence sur la vitesse de trempe (figure 1.17). Lorsque l'agitation augmente, la durée de la phase de caléfaction diminue pour éventuellement disparaître, et la vitesse de refroidissement maximale augmente. Comparativement à l'influence sur les phases 1 et 2, l'agitation n'aura qu'une faible influence sur la phase 3 (phase de convection).

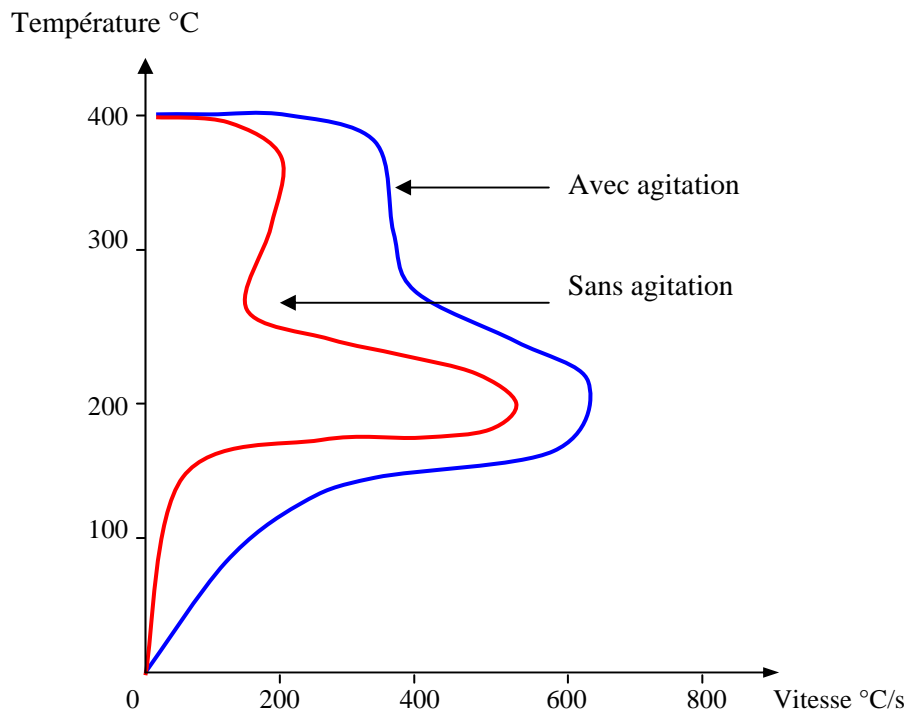
**Recommandations :**

- La vitesse d'agitation doit être adaptée en fonction de la sévérité de trempe recherchée, de la géométrie des pièces traitées, de la conception des charges à tremper, ...etc.
- Le flux de liquide de trempe doit être orienté sur la charge et non autour ; dans le cas de charge de pièces multiples, on disposera les pièces de façon à favoriser leur contact avec le fluide et éviter les pertes de charges du flux ;
- Comme dispositif de brassage, on utilisera des pompes ou des agitateurs à hélice, mais jamais d'air ;
- L'utilisation d'agitateurs submersibles est particulièrement intéressante. Les agitateurs submersibles ne nécessitent aucune structure chaudronnée, leur installation est simple et rapide, et le flux du liquide est aisément modulable en orientation et puissance.



**Figure 1.16 :** Influence de l'agitation sur les courbes de dureté

(D. Couratin 1998)



**Figure 1.17 :** *Effet de l'agitation sur la drasticité du liquide de trempe*  
(D. Couratin 1998)

### I – 7 - 5 – 3 - Traitements des alliages légers par les solutions polymérique :

D'après F. Moreaux (1987) et D. Couratin (1998), les polyalkylène-glycols sont généralisés en tant qu'alternatifs à l'eau pour la trempe des alliages légers tels que l'aluminium (tôles minces, profilés, pièces forgées, carters automobiles). La vitesse de trempe est un paramètre critique dans la mesure où elle doit permettre d'éviter la formation de structures grossières et la précipitation de composés concentrés aux joints de grains diminuant ainsi les propriétés mécaniques et en même temps d'accroître la sensibilité à la corrosion. La vitesse de refroidissement adéquate dépendra du type d'alliage, de l'épaisseur et de la forme de la pièce, ainsi que des caractéristiques mécaniques désirées.

La vitesse de refroidissement uniforme et régulière obtenue avec les PAG réduit de manière significative, voir totale, la déformation souvent associée à la trempe à l'eau, sans altérer les caractéristiques mécaniques ou la résistance à la corrosion.

### I – 7 - 5 – 4 - Le Sodium-polyacrylate (ACR) :

Les polyacrylates ont des caractéristiques de trempe proches des huiles, favorisant ainsi le traitement de pièces ayant une bonne trempabilité.

Les polyacrylates destinés à la trempe ne présentent pas de solubilité inverse comme les PAG, mais différent au niveau des 3 phases de refroidissement, en produisant un film à forte viscosité et à haute teneur en polymère autour des pièces ; ceci réduira en particulier et de manière sensible la vitesse de refroidissement en phase de convection.

### ***1 – Effet de la concentration :***

Les concentrations utilisées pour ce genre de technologie sont généralement comprises entre 15 à 25%, afin d'obtenir des vitesses de refroidissement proches de celles des huiles de trempe non accélérées.

### ***2 – Effet de la température :***

La température maximale d'emploi pour ce type de polymère est de 60°C, afin de minimiser les pertes par évaporation, qui peuvent conduire à de fortes dérives en concentration ; ces dernières entraîneront des résultats erronés à la fin de l'opération de trempe.

### ***3 – Effet de l'agitation :***

L'agitation a une grande influence sur la trempe dans les solutions ACR ; dans le cas d'une faible agitation (de l'ordre de 1 m/s), ces solutions présentent une importante phase de vapeur donnant ainsi des résultats non reproductibles. Quand l'agitation augmente, la phase vapeur se réduit, favorisant une grande vitesse de refroidissement ainsi qu'une bonne reproductibilité des résultats. L'agitation est donc un paramètre très important quant à l'obtention de bonnes caractéristiques mécaniques.

## **I – 7 - 5 – 5 - Mesure de la concentration :**

Comme il a été montré (D. Lemaire 1976 et S.Segerberg 1987), la concentration du polymère peut avoir une très grande influence sur les caractéristiques mécaniques après trempe. Les variations de la concentration sont dues principalement à l'entraînement du liquide de trempe, mais aussi à la dégradation thermique. La concentration peut être facilement vérifiée avec un réfractomètre; le contrôle est fait parfois avec un viscosimètre, mais c'est plus difficile dans ce cas. Les liquides de trempe doivent être munis de courbes d'étalonnage (délivrées par le fournisseur) indiquant la relation entre la concentration et l'indice de réfraction pour le polymère en question, afin de pouvoir réajuster la concentration du bain. Il est de la plus grande importance, pour l'évaluation des solutions de trempe au polymère, d'utiliser une courbe d'étalonnage correcte du réfractomètre. Concernant le contrôle de la concentration des polymères employés, on doit faire très attention. La dégradation thermique, aussi bien que la pollution des bains de trempe peuvent influencer

la lecture des indices de réfraction et de la viscosité (l'indice de réfraction augmente avec la dégradation thermique).

Pour ne pas rencontrer ce cas de figure, il est utile de prélever un échantillon du liquide de trempe et d'enregistrer la courbe de refroidissement. Dans certains cas, il arrive que le liquide de trempe devient instable du point de vue pouvoir trempant, notamment dans la phase de vaporisation. Les raisons de cette instabilité sont dues à certains types de pollution (graisse, oxyde, ...etc.).

Enfin, il est de la plus haute importance pour l'obtention de résultats satisfaisants (caractéristiques mécaniques satisfaisantes et une plus longue durée de vie du bain de trempe) d'éviter la pollution. Les polymères sont plus exigeants que les huiles de trempe. On doit aussi faire soi-même sa propre expérience, en ce qui concerne la méthode la plus adéquate pour contrôler et régler le polymère en question.

#### **I – 7 - 5 – 6 - Entraînement des liquides de trempe (Drag-out) :**

Lorsque les pièces sont retirées du bain après trempe, leur surface est couverte d'une pellicule (film) de polymère. Cette pellicule entraîne une perte de liquide à base de polymère concentré (D. Lemaire 1976 et S.Segerberg 1987). La quantité de liquide entraînée dépend :

- Du type de polymère ;
- De la concentration du bain en polymère ;
- De la température du bain à la sortie des pièces ;
- De la température de la surface des pièces à la sortie des pièces ;
- De la forme et de l'état de surface des pièces traitées.

A l'aide d'une éprouvette spécialement conçue, des mesures de la quantité de liquide de trempe entraînée pour chaque type de polymère ont été enregistrées dans un essai stimulant un traitement thermique normal (S.Segerberg 1987).

Pour différents bains contenant une concentration en polymère de 15% sauf pour les acrylates où la concentration était de 10%, et afin d'avoir le même pouvoir trempant pour tous les polymères, la température de tous les bains était de 30°C. La quantité de liquide du bain entraînée était mesurée par l'accroissement de la masse de l'éprouvette. Les résultats obtenus sont indiqués sur le tableau n° I.1 suivant :

Type de Polymère/l'huile	Température du bain en °C	Concentration du bain en %	Perte en mg quantité entraînée
Gulf super quanch U	70	--	12.7
Aquaquench 251	30	15	2
Hoquench 500	30	15	2.6
Osmanil E2	30	15	1.2
Quendila PA	30	15	2.1
Aquaquench ACR	30	10	1.6
Beroquench 8525	30	15	0.8
Polymer AP	30	10	0.5
Aquaquench A	30	15	6

**Tableau n° I.1 :** *Entraînement des liquides de tremp à base de polymères à 30°C, et d'une huile de tremp à 70°C (S.Segerberg 1987)*

Ces résultats nous montrent que :

- Avec l'Aquaquench A, une pellicule de polymère solide se formait à la surface de l'éprouvette. C'est la raison pour laquelle une quantité relativement importante de liquide a été entraînée.
- Les glycols ont en général, une quantité entraînée légèrement plus élevée que les acrylates.

**Remarque :** Pour réduire les risques de tapures liés au traitement thermique de tremp, on peut sortir la pièce traitée du bain avant qu'elle ne soit refroidie complètement à la température du bain ; en opérant ainsi, la pellicule de polymère couvrant la surface des pièces n'est pas entièrement redissoute, ce qui augmente considérablement la quantité entraînée. La durée de refroidissement des différents essais mentionnés dans le tableau 1 était de 60s. Quand cette durée était abaissée à 30s la quantité entraînée pour l'Aquaquench 251 passait de 2 mg à 5 mg.

## **I – 7 – 6 - LES DIFFICULTES EXPERIMENTALES A L'ETABLISSEMENT DES COURBES DE REFROIDISSEMENT :**

Selon D. Couratin (1998), l'éprouvette test doit être étalonnée par rapport à une éprouvette de référence dans un liquide de trempe de référence à intervalles de temps réguliers. La procédure est de vérifier l'éprouvette avant et après chaque série de tests pour assurer qu'il n'y a aucun changement dans son comportement; cette précaution est recommandée du fait qu'il n'est pas toujours facile de juger de l'apparence de la surface si elle a été correctement nettoyée pour la restaurer à l'état original. Ceci est exigé pour ne pas influencer la stabilité des différentes phases de refroidissement. Pour établir les courbes de refroidissement, on peut rencontrer les difficultés expérimentales suivantes :

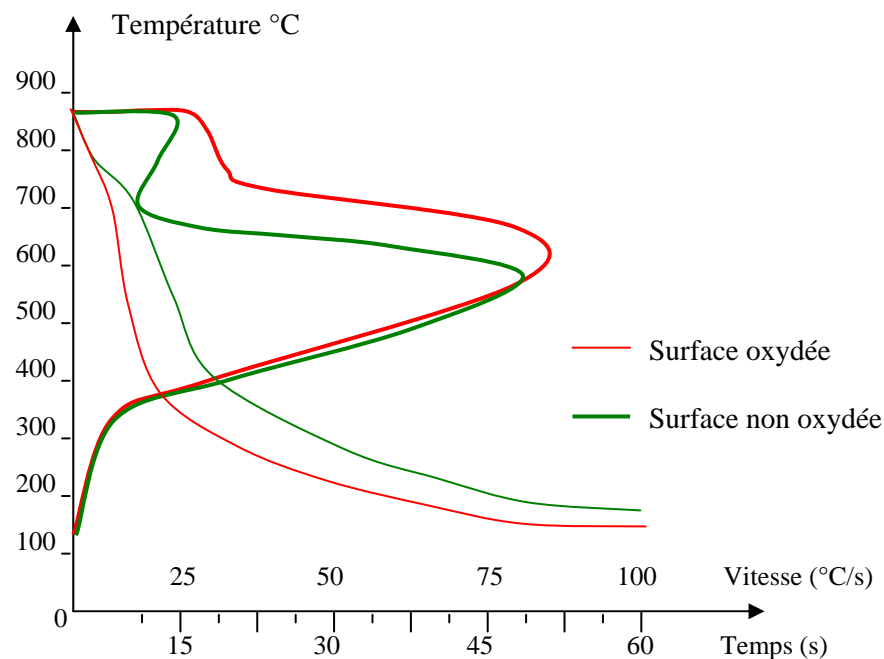
### **I – 7 - 6 - 1 – L'oxydation de la surface de l'éprouvette test :**

L'expérience a montré que même si l'éprouvette en inconel 600 est considérée être résistante à l'oxydation à haute température (850°C et 900°C), une très fine couche d'oxyde se dépose à la surface de l'éprouvette au fur et à mesure des répétitions des tests de trempe.

L'oxyde déposé sur la surface de l'éprouvette peut avoir un effet significatif sur l'établissement et la stabilité du film vapeur formé autour de l'éprouvette au cours du refroidissement à haute température (S. Segerberg 1996). De plus, l'oxyde a un coefficient de conductivité thermique très faible en comparaison avec l'éprouvette métallique, ce qui va retarder le transfert thermique de l'éprouvette au liquide de trempe de la manière suivante :

Pendant le premier instant du refroidissement de l'éprouvette oxydée, la température de la surface externe de l'oxyde va baisser très rapidement, d'autre part, une faible quantité de chaleur thermique passe à travers la couche d'oxyde pour maintenir le film de vapeur, dans ce cas de figure, la température de transition entre la phase caléfaction et ébullition va augmenter, ceci entraînera un début prématuré de la phase d'ébullition. Pendant la deuxième phase de refroidissement, et du fait que l'oxyde a une faible conductivité thermique, le transfert de la chaleur et la vitesse de refroidissement seront relativement faibles comme si l'éprouvette n'est pas oxydée (figure 1.18).

L'éprouvette oxydée est caractérisée par une phase vapeur pas très développée, ou pas assez pour arriver à terme. Il est à noter que la vitesse de refroidissement pendant la phase d'ébullition ainsi que la phase de convection ne sont pas d'une différence significative entre l'éprouvette oxydée et non oxydée. A ce stade du processus de refroidissement, le flux de chaleur pendant la trempe est assez faible, ainsi, l'oxyde est une barrière moindre pour la transmission de la chaleur.



**Figure 1.18 :** Courbes de refroidissement d'éprouvettes oxydées et non oxydées (S.Segerberg 1996)

### I – 7 - 6 – 2 - Méthodes de préparation des éprouvettes :

Il y a plusieurs façons de préparer (conditionnement) l'éprouvette qui donne des résultats fiables parmi elles :

- En général, après chaque essai de trempe, l'éprouvette doit être lavée dans un solvant puis séchée avec du tissu propre. L'éprouvette devrait aussi être vérifiée régulièrement en testant ces performances dans une trempe de référence ; quand la vitesse de refroidissement maximale diffère de  $\pm 5\%$  par rapport aux valeurs obtenues après le test initiale, les prescriptions de l'éprouvette standard doivent être reconditionnées ; ceci peut être obtenu par polissage de l'éprouvette avec du papier émeri, afin d'éliminer l'oxyde déposé, après quoi, l'éprouvette donnera de bons résultats.
- Il peut se produire que dans certains cas, des résultats logiques n'ont pas été obtenus même après avoir suivi toutes les étapes décrites par la norme ISO 9950 ; l'expérience a montré que le liquide de trempe utilisé pour la trempe a une grande influence sur ce type de problème, de plus, quelques fois il a été remarqué que le liquide de trempe utilisé pour le reconditionnement de l'éprouvette test est de type différent du liquide testé.

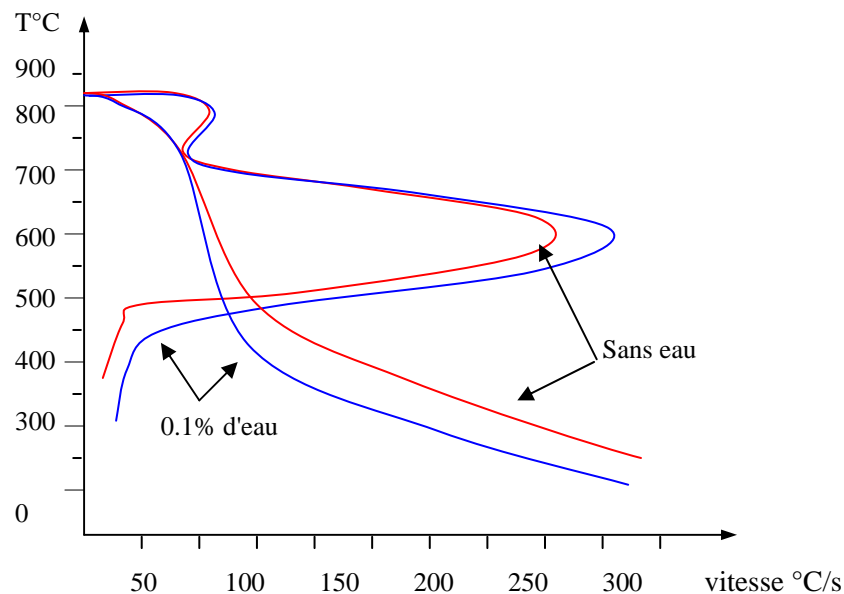
- On peut obtenir de meilleurs résultats de reproductibilité si on nettoie légèrement la surface de l'éprouvette avec du papier abrasif de granulométrie 180 précédant chaque test (la surface sera bien nettoyée comme si l'éprouvette été chauffée dans une atmosphère protectrice pour éviter toute trace d'oxyde), ce qui impliquera la formation de la phase vapeur à chaque fois que l'éprouvette sera trempée (dans le cas d'une éprouvette oxydée la phase vapeur peut être atténuée voir complètement éliminée) ; l'éprouvette doit être préparée de cette façon juste avant qu'elle ne soit utilisée, il faut prendre soin de ne pas toucher l'éprouvette avec les doigts ou de toute autre manière. La préparation de l'éprouvette de cette façon, assure qu'il ne devrait pas y avoir de changement graduel dans les performances entre les calibrations dans le liquide de trempe de référence.

L'inconvénient principal de cette méthode, est que le diamètre de l'éprouvette se réduit un peu plus rapidement que par les autres méthodes décrites ci-dessus (S. Segerberg 1996); les expériences montrent qu'une augmentation maximale de 1 °C/s de la vitesse de refroidissement est contractée pour chaque 0.1 mm réduit du diamètre de l'éprouvette. La procédure à suivre est de vérifier l'éprouvette avant et après chaque série de tests pour assurer qu'il n'y a aucun changement dans son comportement ; cette précaution est recommandée car il n'est pas toujours facile de juger de l'apparence de la surface de l'éprouvette si oui ou non elle a été correctement nettoyée pour la restaurer à l'état original, afin de ne pas influencer la stabilité de la phase vapeur.

### **I – 7 - 6 - 3 - Présence de l'eau dans les huiles de trempe pendant les tests :**

Parfois les containers d'huile de trempe contiennent une très petite quantité d'eau après être nettoyés et rincés avec cette dernière, cette eau qui va être mélangée avec de l'huile peut avoir un effet très significatif sur les courbes de refroidissement (S. Sgerberg 1996 et R. Rottier 2000).

L'huile de trempe qui contient de l'eau aura une extension de la phase d'ébullition à des températures les plus basses (figure 1.19).



**Figure 1.19 :** Effet de la présence de l'eau dans les huiles de trempe  
sur les courbes de refroidissement (S. Segerberg 1996)

L'effet de l'eau varie selon les différentes huiles utilisées :

- Pour des huiles avec des caractéristiques de trempe normale : elle augmente la vitesse de refroidissement maximale de trempe.
- Pour des huiles avec des caractéristiques de trempe rapide : elle abaisse la vitesse de refroidissement maximale de trempe.

Afin de remédier à ce problème, deux méthodes peuvent être utilisées :

- Faire chauffer l'huile contenant de l'eau à une température juste au-dessus de 100°C en agitant le bain pendant 30 minutes.
- Pour éviter toute contamination avec l'eau dans les containers, ces derniers doivent être rincés deux à trois fois avec une quantité d'huile de la même nature que celle utilisée pour la trempe afin d'éliminer toute trace d'eau.

Cependant, si l'huile de trempe contient toujours de l'eau, il est important de faire la distinction entre ses deux sources de contamination, à savoir les fûts (containers) des huiles et les bacs de trempe, ensuite, procéder au nettoyage.

**I – 8 - COMPORTEMENT PHYSICO-CHIMIQUE DES SOLUTIONS DE TREMPÉ A  
BASE DE POLYMÈRE :****I – 8 - 1 - Paramètres de contrôle des bains de trempe :**

Pour étudier les paramètres essentiels influençant l'évolution des bains, des appareillages tels que le réfractomètre et le viscosimètre, en plus d'un pH-mètre, pour le contrôle de l'acidité sont indispensables.

Le tableau n° I.2 suivant mentionne les différentes observations relevées au cours des opérations de trempe sur le comportement des différents polymères (D. Couratin 1998 et Z. Koudil 2000) :

Polymère	Comportement du polymère pendant le refroidissement	Couleur de la solution et acidité du milieu	Odeur	Remarques effectuées après trempe
<b>PDA</b>	Pellicule très soluble dans l'eau	Jaune claire vers le marron Basique à neutre (10,9 – 7,5) pH	Faible odeur caractéristique	Absence de mousses Lavage aisé des pièces Présence de calamine
<b>PEG</b>	Pellicule très soluble dans l'eau	Transparente vers jaune pâle Moyennement acide (6,1 – 4,5) pH	//	Présence de mousses Lavage aisé
<b>PVP</b>	Pellicule à aspect collant soluble dans l'eau	Jaune vers oronge Moyennement acide (6,0 – 4,5) pH	//	Absence de mousses Simple rinçage à l'eau
<b>PAA</b>	Pellicule insoluble (gel blanc)	Transparente vers jaune pâle Milieu fortement acide (3,5 – 2,5) pH	//	Présence de mousses Gel moins pénible à enlever Présence de particules insolubles
<b>PAAM</b>	Pellicule épaisse insoluble (gel marron)	Incolore avant et après trempe Milieu quasi – neutre (8,1 – 7,2) pH	//	Absence de mousses Pellicule facile à décoller Présence de particules insolubles
<b>PVA</b>	difficile à laver (gel jaune)	Jaune à marron foncé Milieu faiblement acide à acide (5,5 - 4,5) pH	Vapeur toxique à mauvaise odeur	Présence de mousses abondantes Pellicule difficile à enlever Présence de particules insoluble Après plusieurs cycles de trempe

**Tableau n° I.2 :** *Comportement physico-chimique de différentes solutions aux polymères au cours de la trempe (Z. Koudil 2000)*

**Notons que :**

PDA : Polydur A

PEG : Polyéthylène glycol

PVP : Poly-N-Vinyle-Pyrrolidone

PAA : Polyacide itaconique

PAAM : Poly acrylamide

PVA : Polyvinyle alcool

**I – 8 - 2 - LA VISCOSIMETRIE :**

D'après la norme Internationale ISO 3105 (1976), la détermination expérimentale de la viscosité constitue la technique la plus répandue en chimie macromoléculaire pour caractériser les polymères en solution. C'est d'ailleurs, la méthode la plus ancienne permettant d'évaluer les masses moléculaires moyennes. L'emploi intensif de cette méthode est dû essentiellement au fait qu'elle ne nécessite pas un appareillage complexe ni onéreux. Les données expérimentales sont de plus, très rapidement exploitables par ce procédé. La mise en solution d'un échantillon macromoléculaire s'accompagne d'un accroissement très important de la viscosité de la solution, même lorsque le soluté se trouve en faibles quantités ; la mesure de cet accroissement viscosimétrique permet de connaître les dimensions macromoléculaires (la conformation moyenne du polymère).

**I – 8 - 2 – 1 - Paramètres influençant la viscosité des solutions de trempe au polymère :**

Selon S. Mimoune (1999), la viscosité des solutions de polymères dépend de plusieurs paramètres indépendants :

1. La nature physico-chimique de la substance utilisée ;
2. La température du liquide ;
3. La pression ;
4. Le temps durant lequel la substance sera soumise à un cisaillement constant ou sera maintenue au repos avant d'être testée.
5. Le gradient de vitesse : la variation du gradient de vitesse provoque l'élévation ou la diminution de la viscosité.

**I – 8 - 2 – 2 - Variation de la viscosité en fonction de la concentration en polymère des bains de trempe :** La viscosité d'une solution aqueuse au polymère augmente avec la concentration et avec la masse moléculaire pour une même famille de polymère, cette augmentation prend une forme parabolique de la forme :  $ax^2 + bx + c$  (Figure 1.20).

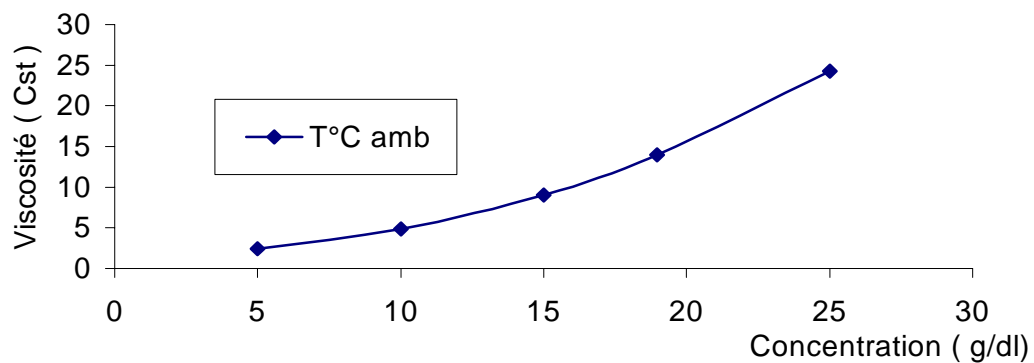


Figure 1.20 : Courbe de Viscosité en fonction de la concentration du Polyéthylène-glycol 10000

(Z. Koudil 2000)

**I – 8 - 2 – 3 - Variation de la viscosité en fonction de la température des bains de trempe des polymères :** La viscosité d'une solution aqueuse au polymère diminue avec la température de la solution polymérique d'une même famille de polymère, cette diminution est représentée sur la (figure 1.21).

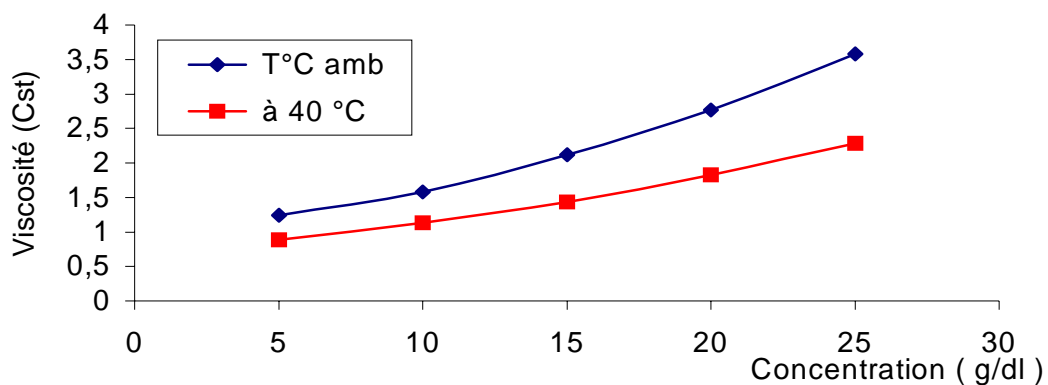


Figure 1.21 : Courbes de Viscosité en fonction de la concentration à différentes températures du Polydur A

(Z. Koudil 2000)

### I – 8 - 2 – 4 - Variation de la viscosité en fonction du nombre de cycles de trempe des solutions de trempe aux polymères :

La viscosité d'une solution aqueuse au polymère augmente avec le nombre de cycles de trempe pour une même famille de polymère (figure 1.22).

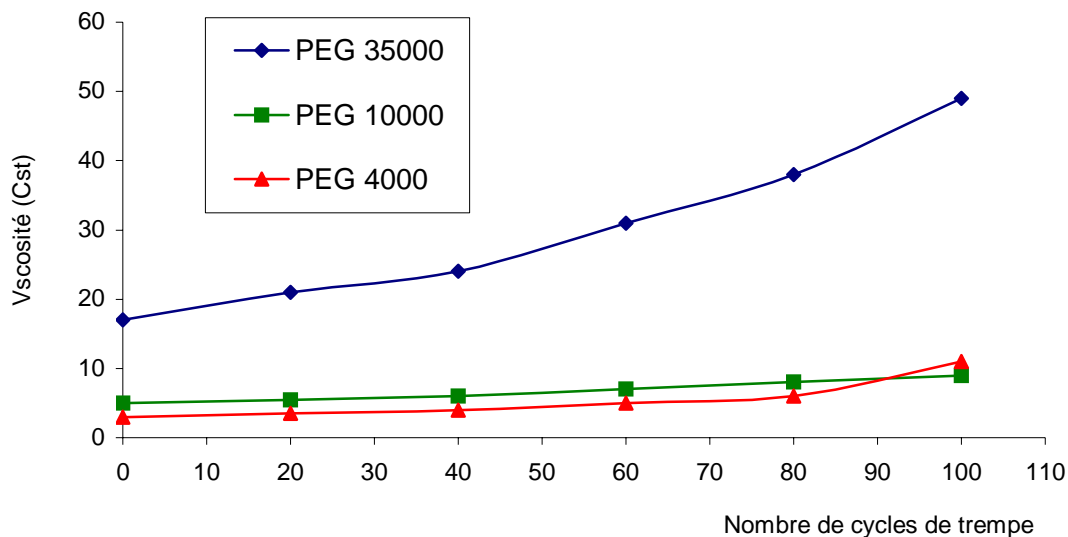


Figure 1.22 : Variation de la viscosité des différents PEG en fonction du nombre de cycles de trempe  
(Z. Koudil 2000)

### I – 8 – 2 – 5 - Viscosité et masse moléculaire :

Selon la relation généralisée de Staudinger (G. Champrier 1969), la viscosité intrinsèque d'une solution macromoléculaire est directement proportionnelle à la masse moléculaire  $M$  :

$$M = ([\eta] / K')^{1/a}$$

avec : \*  $K'$  et  $a$  : sont deux constantes données pour un système polymère–solvant–température ;

\*  $[\eta]$  : Viscosité intrinsèque de la solution macromoléculaire utilisée.

### I – 8 - 3 - LA REFRACTOMETRIE :

La mesure de l'indice de réfraction est une opération simple, sensible à de petites variations de la composition de divers corps, à condition qu'ils ne présentent pas de caractère métallique. Les applications de la réfractométrie sont courantes aussi bien dans l'industrie que

dans les laboratoires. La mesure ou l'enregistrement directe ou différentielle de l'indice de réfraction permet de déduire la concentration de différentes solutions.

Il existe de nombreuses méthodes pour la détermination de l'indice de réfraction d'une substance, leur application dépend essentiellement de la précision de l'analyse désirée (S. Mimoune 1969).

### I – 8 - 3 – 1 - Paramètres influençant l'indice de réfraction des solutions de polymères :

L'indice de réfraction des solutions de polymères dépend de plusieurs paramètres indépendants, on cite :

1. La nature de la substance utilisée ;
2. La concentration en polymère ;
3. La température de la solution à laquelle est effectuée l'analyse.

### I – 8 – 3 – 2 - Variation de l'indice de réfraction 'RI' en fonction de la concentration en polymère des bains de trempe :

Pour une même famille de polymère l'indice de réfraction suit une loi croissante de la forme  $RI = a \times C + b$  (figure 1.23).

avec :

- C : la concentration en polymère de la solution de trempe;
- a et b : des constantes.

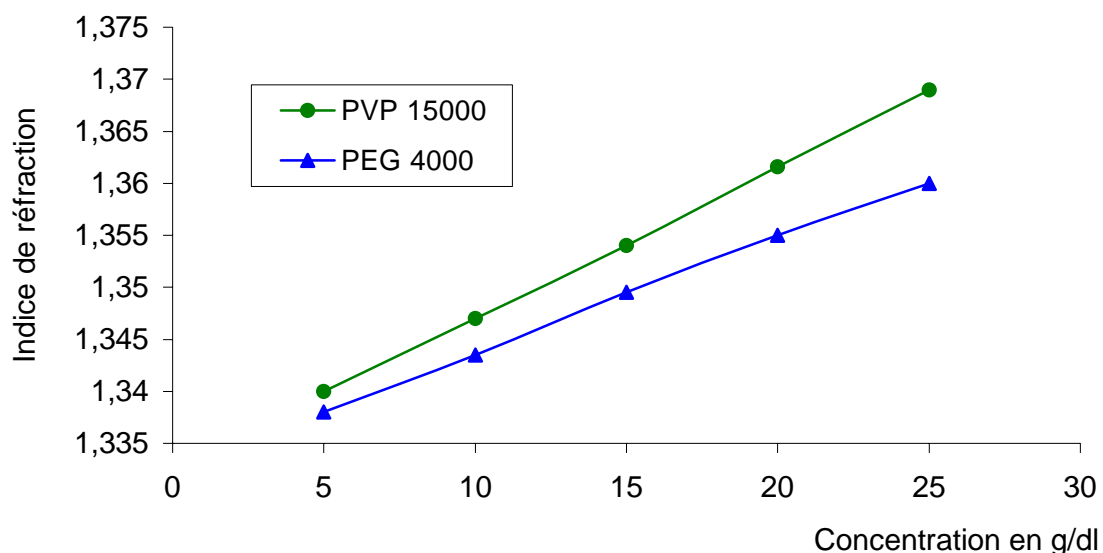


Figure 1.23 : Variation de l'Indice de réfraction des différentes solutions de trempe en fonction de la concentration (Z. Koudil 2000)

### I – 8 – 3 – 3 - Variation de l'indice de réfraction en fonction du nombre de cycles de trempe des solutions de trempe aux polymères :

L'indice de réfraction d'une solution aqueuse au polymère augmente avec le nombre de cycles de trempe pour une même famille de polymère (figure 1.24).

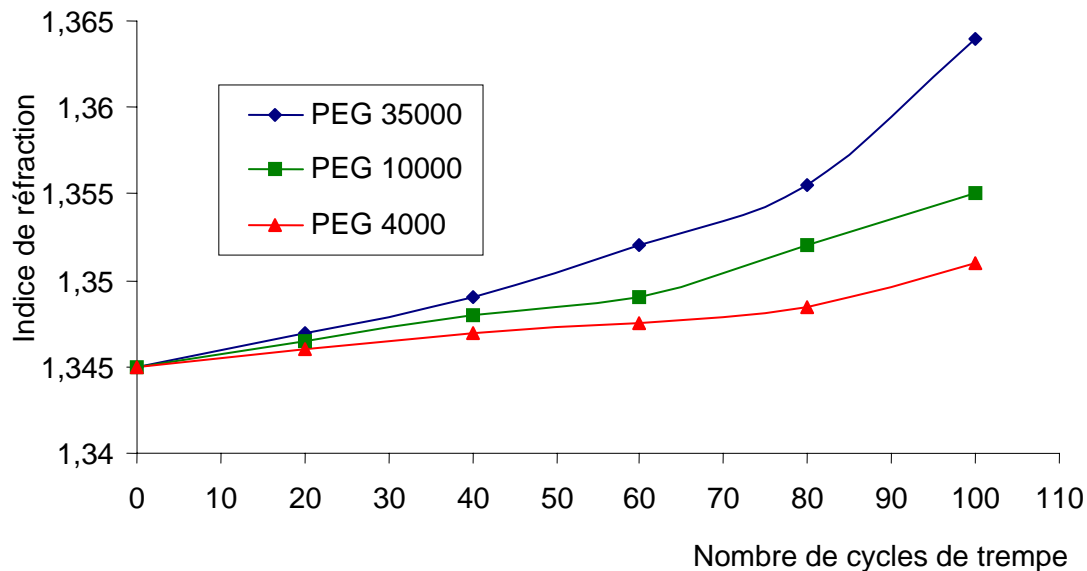


Figure 1.24 : Variation de l'indice de réfraction des différents PEG en fonction du nombre de cycles de trempe (Z. Koudil 2000)

### I – 8 - 3 – 4 - Taux de dégradation (pollution) des bains de trempe au polymère :

Selon E.H. Burgdorf (1981), R. Rottier (2000) et Z. Koudil (2000), l'écart de mesure de la concentration entre la variation de l'indice de réfraction et de la viscosité n'est autre que le taux de pollution du bain de trempe en service.

**Remarque :** la variation de la viscosité en fonction du nombre de chocs thermiques ne prend pas en considération les impuretés solubles dans le bain, à cause de leur petite masse. La viscosité dépend essentiellement du poids moléculaire du polymère et de sa concentration dans le milieu de trempe; alors que l'indice de réfraction est plus sensible vis à vis des impuretés.

## II – 1 - INTRODUCTION :

Dans un liquide qui se vaporise, la trempe permet de faire subir à une pièce métallique les refroidissements les plus rapides puisque l'enthalpie de vaporisation du liquide est toujours considérablement plus grande que sa chaleur massique. Dans ce cas, ce sont moins les mouvements du liquide que le processus d'élimination de la vapeur qui déterminent la cinétique de passage de la chaleur entre la pièce et le liquide, donc la vitesse de refroidissement de la pièce.

Dans la pratique, il est toujours intéressant de prévoir le processus de refroidissement par trempe des pièces que l'on doit traiter thermiquement. En effet, la connaissance à chaque instant de la vitesse de refroidissement en chaque point de la pièce permet de connaître, à l'aide des courbes TTT, la structure obtenue après trempe. On peut ainsi apprécier la pénétration de trempe dans la pièce traitée (G. Beck 1972).

Il est alors possible d'une part de calculer les contraintes thermiques résultant de la dilatation du métal et, d'autre part, d'estimer les contraintes dues aux transformations structurales. Réciproquement, si les propriétés de l'éprouvette de trempe sont parfaitement connues, on peut grâce à un calcul utilisant sa loi de refroidissement au cours de la trempe dans un liquide donné, définir les grandeurs caractéristiques du pouvoir refroidissant du liquide donc, finalement, son mécanisme de vaporisation.

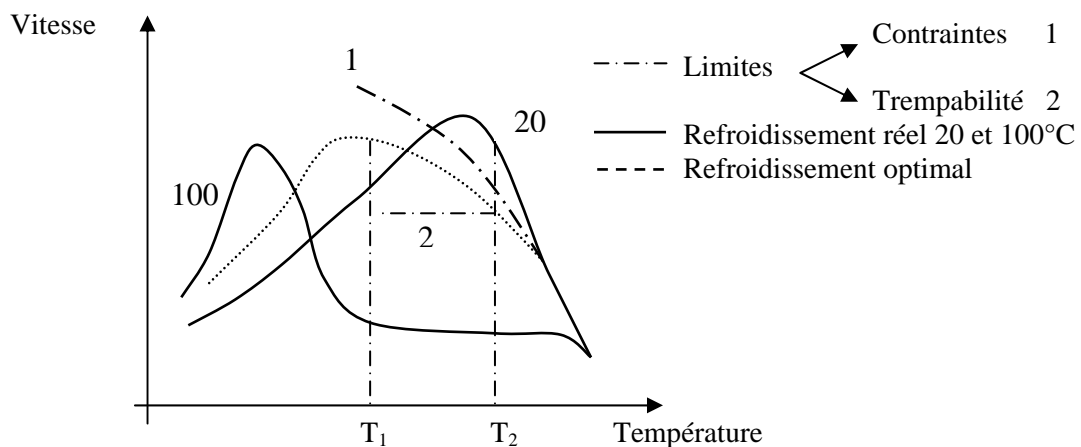
Pour que les résultats du calcul aient un caractère général, il serait nécessaire que les grandeurs calculées soient indépendantes des propriétés de l'éprouvette ayant servi aux essais. Ainsi, des mesures effectuées à l'aide d'expériences de régime permanent permettent de tracer la courbe caractéristique de vaporisation, dite courbe de Nukiyama (J.F Sacadura 1980).

## II - 2 - PROBLEMATIQUE :

Il s'agit de prévoir par le calcul, l'évolution dans l'espace et dans le temps de la température  $T(x,y,z,t)$  au sein d'une pièce soumise à un cycle thermique .

**1. Durée du processus thermique :** la durée du traitement thermique est l'un des paramètres les plus importants pour le traitement des pièces; la question qui se pose est de savoir s'il est possible d'accélérer le cycle thermique pour optimiser la durée du traitement.

**2. Contraintes thermiques :** L'évolution de la température dans l'espace et dans le temps  $T(x,y,z,t)$  permet de calculer l'évolution des contraintes internes, donc de prévoir les contraintes résiduelles après traitement. On peut ainsi définir le refroidissement le plus rapide que peut subir la pièce sans provoquer de contraintes résiduelles (figure 2.1, courbe 1). D'autres part, les connaissances métallurgiques de l'alliage indiquent que les caractéristiques mécaniques ne sont obtenues que si le refroidissement dépasse une vitesse critique dans un intervalle de température bien défini (figure 2.1, courbe 2, cas d'alliage d'aluminium). L'intérêt du calcul des lois de refroidissement est de prévoir un refroidissement optimale, pas très énergétique; exemple l'eau à 20°C assure de bonnes caractéristiques mécaniques mais provoque des contraintes internes, tandis que l'eau à 100°C ne provoque pas de contraintes internes mais les caractéristiques mécaniques seront faibles (J.Bodin 1992).



**Figure 2.1 :** Evolution des contraintes thermiques au cours de la trempe (J. Bodin 1992)

**3. Trepabilité :** Il s'agit ici d'estimer la profondeur de trempe. Par exemple, lors du traitement thermique des pièces en aluminium, on cherche à prévoir l'évolution de la limite élastique entre les zones superficielles et les zones centrales de la pièce. La prévision par le calcul des lois de refroidissement permet, dans certains cas, de prévoir les caractéristiques mécaniques après traitement donc de mettre au point des traitements thermiques adéquats.

**4. Propriétés physiques :** Au sein d'un solide, les transferts thermiques s'effectuent par conduction dans la masse. Il s'agit d'un phénomène de diffusion de la chaleur dans

l'espace et dans le temps. Il n'y a pas de vitesse de propagation mais une constante de temps liée à la façon dont on perçoit les phénomènes. Par exemple, on perçoit 1 % du signal thermique au travers d'un mur de cuivre de 10 cm en 7 secondes et il faut près d'un an pour atteindre l'équilibre thermique au travers d'un mur de 1 mètre de cuivre.

Un cycle thermique est décrit en général à partir de la modification d'un état d'équilibre :

- Conditions initiales : par des sollicitations extérieures à la surface du solide.
- Conditions aux limites : on atteint ainsi au bout d'un temps plus ou moins long un nouvel état d'équilibre (figure 2.2).

Si la thermodynamique nous indique s'il est possible de passer d'un état d'équilibre à un autre, la thermocinétique nous précise comment cela se passe dans l'espace et dans le temps.

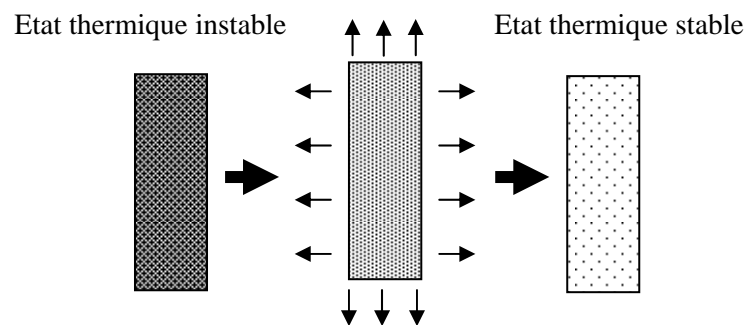


Figure 2.2 : Passage d'un solide vers l'état d'équilibre (J.Bodin 1992)

### II - 3 - RESOLUTION MATHEMATIQUE :

La formulation mathématique de l'équation de la chaleur décrit l'évolution de la température dans l'espace et dans le temps, à l'intérieur du solide.

Dans le cas simplifié d'un milieu homogène isotrope de conductivité thermique  $\lambda$  constante, l'équation de la chaleur s'écrit :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} - \frac{\rho c}{\lambda} \times \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (1)$$

T : Température de la pièce ;  $\rho$  : masse volumique ; c : chaleur massique ;  $\lambda$  : conductivité thermique ; r coordonnée radiale ; x : coordonnée selon la direction x.

**1 – les conditions initiales :** c'est la contribution de la température au temps  $t = 0$   
 $T(x,y,z,0) = f(x,y,z)$ , généralement la température T est considérée uniforme.

**2 – les conditions aux limites :** chaque direction de la pièce a deux conditions aux limites ; donc 2, 4 ou 6 conditions aux limites selon que le problème à résoudre est à 1, 2 ou 3 dimensions dans l'espace.

Ces conditions aux limites sont choisies selon que :

A – la température de surface  $T_s$  imposée,  $T_s = T(T)$  ;

B – le flux de chaleur en surface  $\phi(t) = -\frac{\lambda \partial T_s}{\partial x}$  imposé, souvent  $\phi$  est considéré

constant.

C – le coefficient de transfert de chaleur superficiel  $h$  imposé, avec

$$\frac{\lambda \partial T_s}{\partial x} = h (T_s - T_L)$$

avec :  $T_L$  la température extérieure.

- Le coefficient de transfert de chaleur imposé en surface (souvent  $h$  est considéré constant) décrit correctement des échanges de chaleur avec un fluide si l'écart de température reste modéré. Notons que plus un phénomène thermique est rapide, plus il est difficile de préciser ses conditions aux limites.

## II – 4 - APPROCHE THEORIQUE :

### II – 4 - 1 – Résolution d'un calcul simple :

L'énergie perdue pendant le temps  $dt$  pour un solide de volume  $V$ , à la température initiale  $T_i$ , de masse volumique  $\rho$  de chaleur massique  $c$  qui se refroidit de  $dT$  et gagnée par le fluide à température constante  $T_L$  avec un coefficient de transfert de chaleur  $h$  à la surface d'aire  $S$  du solide (figure 2.3) s'écrit :

$$-\rho V c dT = h S (T - T_L) dt \quad (2)$$

Cette équation s'intègre en : 
$$\frac{(T - T_L)}{(T_i - T_L)} = \exp\left(-\frac{S}{\rho V c} t\right) \quad (3)$$

soit encore en introduisant  $L = \frac{V}{S}$  et  $\lambda$  la conductivité thermique du solide :

$$\frac{(T - T_L)}{(T_i - T_L)} = \exp\left(-\frac{h L}{\lambda} \times \left(\frac{\lambda L}{\rho c L^2} t\right)\right) \quad (4)$$

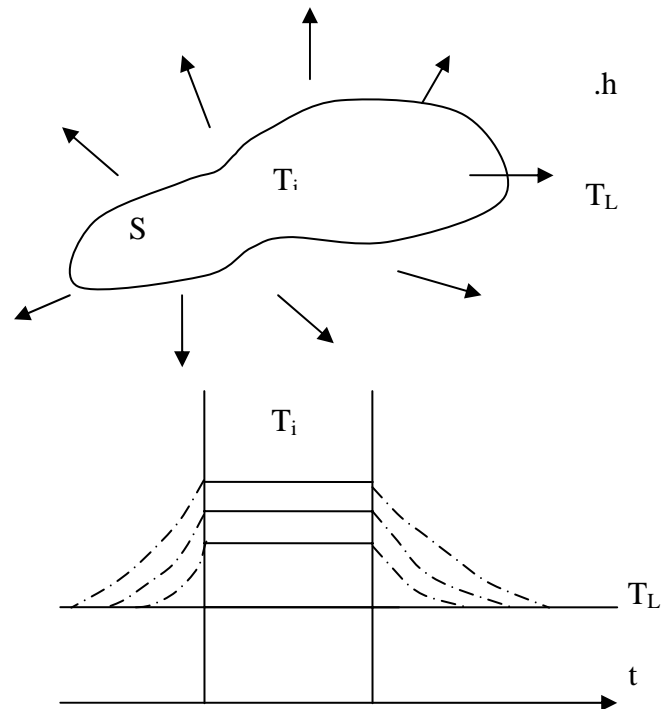
en posant  $B_i = \frac{h L}{\lambda}$  et  $Fo = \frac{\lambda L}{\rho c L^2} t$

$B_i$  et  $Fo$  sont respectivement les nombres sans dimensions de Biot ( $B_i$ ) et Fourier ( $Fo$ )

on aura :

$$\frac{(T - T_L)}{(T_i - T_L)} = \exp - (B_i \times Fo) \quad (5)$$

Ce calcul n'est acceptable que si l'on considère que la température est constante au sein du solide à un instant donné ( $T(x,t)$ ,  $V(x)$ ) (figure 2.3)



**Figure 2.3 :** Schéma du transfert thermique entre solide et liquide

Cette hypothèse correspond à un refroidissement lent de petites pièces ( $h$  et  $L$  petits).

Si  $B_i = \frac{hL}{\lambda} < 0.1$  la relation (5) décrit correctement le refroidissement.

Ce résultat s'applique bien dans le cas des refroidissements à l'air ou par caléfaction ; il décrit plus ou moins correctement les refroidissements par convection forcée ou par trempe dans les sels fondus.

**II – 4 - 2 – Solutions numériques :****I – 4 – 2 - 1 - Première méthode :**

Les expériences utilisées par R. Bigot (G. Beck 1972 et Yves. Dardel 1963) pour la détermination des variations de la température en un point de l'éprouvette ont été effectuées avec des éprouvettes cylindriques en nickel qui ne présentent pas de transformation décelable par analyse thermique dans le domaine de température compris entre 20 et 900°C ; ce qui implique qu'il n'y a donc pas de second terme dans l'équation de la chaleur. Le rapport hauteur/diamètre est généralement pris égal à 3. dans ces conditions on peut admettre que le refroidissement du centre est le même que celui d'un cylindre de hauteur infinie.

L'équation générale de transfert de la chaleur s'écrit, dans le cas du refroidissement en géométrie cylindrique :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} - \frac{\rho c}{\lambda} \times \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (1)$$

on pose 
$$a = \frac{\lambda}{\rho c} \quad (6)$$

Pour un flux axial négligé 
$$\Rightarrow \frac{\partial}{\partial x} = 0 \quad (\text{cylindre de hauteur infinie}) \quad (7)$$

On remplace dans (1) 
$$\Rightarrow \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} - \frac{1}{a} \times \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (8)$$

$$\Rightarrow \frac{1}{a} \times \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} \quad (9)$$

$$\Rightarrow \frac{1}{a} \times \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{\partial T}{\partial r} \right) \quad (10)$$

$$\Rightarrow \frac{1}{a} \times \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{\partial T}{\partial r / r} \right) \quad (11)$$

$$\Rightarrow \frac{1}{a} \times \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r / r} \left( \frac{\partial T}{\partial r / r} \right) \quad (12)$$

soit 
$$\partial \eta = \frac{\partial r}{r} \quad (13)$$

$$\Rightarrow \frac{1}{a} \times \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{r^2} \frac{\partial \left( \frac{\partial T}{\partial \eta} \right)}{\partial \eta} \quad (14)$$

$$\Rightarrow \frac{1}{a} \times \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 T}{\partial \eta^2} \quad (15)$$

avec 
$$a = \frac{\lambda}{\rho c} \quad (16)$$

on a les conditions aux limites (CL) :

1. Les conditions de surface : la pièce cylindrique, dont la température uniforme est  $T_S$  est brusquement plongée dans le fluide à la température  $T_L$ . De part et d'autre de la surface, on applique le principe de la conservation du flux de chaleur.
2. Condition au centre : comme le gradient radial de la température est nul sur l'axe du cylindre, la température de la tranche qui jouxte le centre est prise égale à celle du centre.

$$\Rightarrow \lambda \left( \frac{\partial T}{\partial x} \right)_s = -h (T_S - T_L) \quad (17)$$

avec  $T_S$  = Température du solide

$T_L$  = Température du liquide

$$\Rightarrow \lambda \left( \frac{\partial T}{\partial x} \right)_{r=R} = -h (T_S - T_L) \quad (18)$$

$$\Rightarrow \lambda \frac{1}{r} \left( \frac{\partial T}{\partial r} \right)_{r=R} = -h (T_S - T_L) \quad (19)$$

$$\Rightarrow \lambda \frac{1}{r} \left( \frac{\partial T}{\partial \eta} \right)_{r=R} = -h (T_S - T_L) \quad (20)$$

$$\Rightarrow \frac{\partial T}{\partial \eta} \Big|_{r=R} = - \frac{T_S - T_L}{\lambda / h.R} \quad (21)$$

avec  $0 < r < R$  et  $R$  rayon du cylindre.

La résolution de cette équation différentielle donne les variations de la température  $T$  en fonction de la position dans l'espace  $x$  et dans le temps  $t$ . Compte tenu des conditions aux limites propres au problème de la trempe, il n'existe pas de solution analytique satisfaisante

qui fournisse une répartition spatio-temporelle de la température; l'utilisation d'une méthode numérique (exemple : différences finies) est alors indispensable .

Remplaçons dans la relation (15) les accroissements infiniment petits  $\partial x$  et  $\partial t$  par des accroissements finis  $\Delta x$  et  $\Delta t$ , la relation (13) montre qu'il faut découper le rayon R du cylindre en N tranches d'épaisseur  $\Delta R = (R/ N)$ . Notons  $R_e$  l'abscisse du milieu de chaque tranche, mesurée à partir du centre.

$$RL = \frac{R_e}{N} \left( L - \frac{1}{2} \right) \quad (22)$$

A chaque tranche réelle L, correspond après le changement de variable défini par la relation (13) une tranche dans l'espace transformé dont l'épaisseur e est liée à la position de la tranche considérée par la relation :

$$\Delta \eta_L = \frac{e/N}{RL} \quad (23)$$

Soit

$$\Delta \eta_L = \frac{1}{L - \frac{1}{2}} \quad (24)$$

L'axe des temps est divisé en M intervalles égaux  $\Delta t$ . La température notée T (K,L) correspond au temps  $t_K = K\Delta t$  et au point d'abscisse

$$\eta_L = \sum_{L=1}^L \Delta \eta_L \quad (25)$$

Le calcul des différences finies premières de temps et secondes d'espace est alors immédiat et conduit à l'expression suivante de l'équation de la chaleur :

$$T(K+1,L) - T(K,L) = \frac{\lambda}{c\rho l} \frac{t}{\Delta \eta^2} [T(K,L+1) + 2T(K,L) + T(K,L-1)] \quad (26)$$

Le schéma obtenu est un schéma explicite simple car T(K+1,I) est uniquement fonction de T (K,I)  $\forall I$ . L'étude de la stabilité des équations a fait l'objet de nombreuses publications dont Y. Dardel (1963). On démontre facilement, dans le cas du schéma explicite, qu'il n'est stable que pour :

$$\frac{\lambda}{c\rho} \frac{\Delta t}{\Delta R^2} \leq \frac{1}{2} \quad (27)$$

Cette remarque complique un peu les calculs car les intervalles d'itération d'espace et de temps ne peuvent être choisis arbitrairement. De plus, avec les ordres de grandeur

correspondant aux expériences effectuées au laboratoire, le nombre d'itérations à effectuer devient très vite considérable. On le limite au maximum en choisissant toujours :

$$\frac{\lambda}{c\rho} \frac{\Delta t}{\Delta R^2} = \frac{1}{2} \quad (28)$$

Ce qui présente l'avantage supplémentaire de simplifier l'écriture de l'expression (26).

**II – 4 – 2 – 2 - Conduite du calcul :** Le calcul de la courbe de répartition de la température s'effectue en partant du centre et en déterminant pas à pas la température des différentes tranches jusqu'à la surface. Les relations (24) et (26) permettent d'écrire la loi de récurrence qui permet le calcul de la température sur la tranche  $L + 1$  en fonction des températures sur les tranches  $L$  et  $L - 1$  :

$$T(K, L+1) = \frac{2LT(K+1, L) - \left(L - \frac{1}{2}\right)T(K, L-1)}{\left(L - \frac{1}{2}\right)} \quad (29)$$

Grâce à la relation (21), on détermine le coefficient de transfert de la chaleur au temps  $K$  à partir des températures sur les tranches  $N$  et  $N + 1$

$$h(K) = \frac{\lambda}{R} \left(N + \frac{1}{2}\right) \frac{T(K, N) - T(K+1, N+1)}{T(K, N) - T_L} \quad (30)$$

Les calculs nécessitent la connaissance de la température au centre de l'éprouvette pour chaque intervalle de temps  $\Delta t$ . Si l'on veut représenter en totalité le refroidissement d'une éprouvette, il est nécessaire d'effectuer plus de 1000 itérations sur le temps, donc de faire rentrer en machine un très grands nombres de relevés de la température au centre de l'éprouvette, ce qui est impossible puisque au mieux on ne mesure avec assez de précision qu'une cinquantaine de valeur de la température au cours du refroidissement. Nous passons de ces 50 valeurs de la température au millier de valeurs nécessaires au calcul par approximation à l'aide de la méthode des moindres carrés. Ce choix se justifie quand on considère la propriété suivante : si les valeurs mesurées sont obtenues avec une erreur  $\varepsilon$  dont la répartition aléatoire obéit à une loi de Gauss, l'approximation la plus vraisemblable est celle qui minimise  $\sum \varepsilon^2$ . Cette méthode donne une approximation polynomiale qui permet de calculer à chaque instant la température au centre de l'éprouvette nécessaire à la poursuite des itérations.

**II – 4 – 2 – 3 - Discussion de la méthode de calcul :** La méthode utilisée a l'avantage de n'introduire aucune hypothèse sur les conditions aux limites. Nous calculons pas à pas la valeur numérique du coefficient  $h$  de passage de la chaleur tel que le définit la loi de Newton. Seuls les résultats des calculs permettent de vérifier si le coefficient  $h$  suffit pour caractériser le pouvoir refroidissant du liquide indépendamment des propriétés de l'éprouvette. En outre, les calculs sont toujours effectués à partir de la courbe de refroidissement, ce qui assure un certain réalisme des résultats.

Notons que l'hypothèse introduite dans les calculs concernant l'isothermie superficielle de l'éprouvette est erronée (La comparaison des résultats du calcul à ceux de l'expérience ont montré une anisothermie de la surface) et que le coefficient  $h$  de transfert de la chaleur ne dépend pas seulement du liquide de trempe mais aussi, même pendant la phase de caléfaction, de la forme de l'éprouvette (S. Segerberg 1994). Par exemple, dans le cas de la trempe dans l'eau bouillante d'une éprouvette de nickel de 10 mm de diamètre et de 30 mm de hauteur (et pour toute éprouvette de  $H = 3 \phi$ )  $h$  vaut  $6.25 \cdot 10^{-3}$  CGS mais pour une éprouvette de 10 mm de diamètre et 60 mm de hauteur  $h$  vaut  $5.44 \cdot 10^{-3}$  CGS. Cette remarque montre que l'hypothèse, pourtant classique, selon laquelle la condition  $h \geq 3\phi$  est suffisante pour qu'on puisse considérer le cylindre comme de longueur infinie, est erronée.

Le but de cette étude est de mettre en évidence les difficultés soulevées par l'établissement d'une méthode générale de calcul des lois refroidissements par trempe. Nous définissons l'anisothermie comme un facteur qui exclut toute possibilité de généralisation. Il semble difficile d'utiliser les résultats d'une expérience pour calculer de façon réaliste les refroidissements obtenus par trempe dans d'autres conditions expérimentales, sauf s'il s'agit des refroidissements lents où l'on se rapproche des conditions du régime permanent, ou encore, en l'absence de toute anisothermie superficielle de la pièce. Ce n'est, en pratique, jamais le cas quand il se forme un film de caléfaction.

#### **II – 4 – 2 - 4 - Deuxième méthode de calcul :**

Dans le cadre de la coopération entre le laboratoire des sciences des matériaux et le laboratoire thermo - fluide de la faculté des sciences de l'ingénieur au niveau de l'Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumédiène, une résolution mathématique du phénomène de refroidissement d'une éprouvette cylindrique en Inconel 600 de diamètre  $\varnothing = 16$  mm et de hauteur  $h = 48$  mm par un liquide de trempe en régime transitoire a été

effectuée, en écrivant les équations sous leurs formes générales, ensuite des hypothèses simplificatrices ont été posées afin d'arriver aux solutions régissant le problème.

Les équations différentielles qui régissent ces phénomènes d'échange thermique par conduction dans un solide et de conduction et convection dans un liquide de trempe, dérivent des équations d'énergie et des équations du mouvement de Navier-Stokes (S. Benbouzid 2001).

#### II – 4 – 2 – 5 - Modèle physique :

Nous considérons le refroidissement d'un cylindre de rayon  $R_p$  et de hauteur  $H_p$  immergé dans un bac de trempe de  $R_b$  et de hauteur  $H_b$  où circule un fluide de trempe Newtonien (figure 2.4). On considère que l'éprouvette est portée initialement à une température de  $900^\circ\text{C}$  sur toutes ces faces, le fluide est maintenu à une température de  $25^\circ\text{C}$ . Le passage du fluide à travers l'entrée (l'orifice) du bac induit une interaction entre ce fluide et l'éprouvette considérée. Par raison de symétrie, l'étude s'est portée sur la demi-coupe longitudinale du domaine de refroidissement.

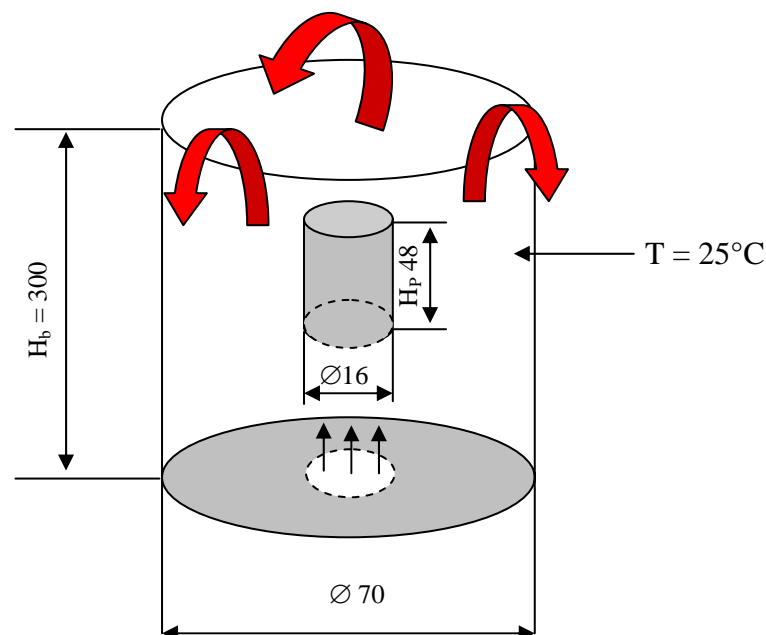


Figure 2.4 : Schéma du domaine d'étude

Les phénomènes physiques de transfert de la chaleur par convection forcée sont régis par un ensemble d'équations qui s'écrivent sous leurs écritures vectorielles comme suit :

**1- Equation de conservation de masse du fluide :**

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot \rho \vec{V} = 0 \quad (31)$$

**2 – Equation de conservation de quantité de mouvement :**

$$\rho \frac{\partial \vec{V}}{\partial t} = - \vec{\nabla} P + \mu \nabla^2 \vec{V} + \rho F_V + \frac{1}{3} \text{grad}(\mu \text{div} \vec{V}) \quad (32)$$

**3 – Equation d'énergie :**

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} + (\rho C_p) \vec{V} \cdot \nabla T = - \frac{\Delta P}{\Delta t} + K \nabla^2 T + \mu \Phi + S \quad (33)$$

**II – 4 – 2 - 6 - Hypothèses simplificatrices :**

Les équations régissant les principes de conservation sont formulées en adoptant les hypothèses suivantes :

- Source interne nulle (  $S = 0$  ) ;
- Forces de volume négligeable (  $\rho F_V = 0$  ) ;
- Vu la géométrie du système, on considère un écoulement bidimensionnel axisymétrique ;
- Dissipation visqueuse négligée (  $\Phi = 0$  ) ;
- Caractéristiques physiques du fluide constantes (  $K, C_p, \mu$  ) ;
- On assimile la vapeur à un gaz parfait ;
- Terme de viscosité additionnelle négligeable (  $\frac{1}{3} \text{grad}(\mu \text{div} \vec{V}) = 0$  ) ;
- $\left( -\frac{\partial P}{\partial t} = 0 \right)$

**II – 4 – 2 - 7 - Mise en équation :**

En utilisant ces hypothèses, on trouve une écriture finale des équations se ramenant après projection suivant les coordonnées cylindriques (r, z) sous la forme :

**1 – Equation de continuité :**

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \frac{\partial(\rho u)}{\partial z} + \frac{1}{r}(\rho V r) = 0 \quad (34)$$

## 2 - Equation de quantité de mouvement :

- **Suivant la direction OZ :**

$$\frac{\partial(\rho u)}{\partial t} + u \frac{\partial(\rho u)}{\partial z} + v \frac{\partial(\rho u)}{\partial r} = -\frac{\partial \rho}{\partial z} + \mu \left[ \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial u}{\partial r} \right) \right] \quad (35)$$

- **Suivant la direction r :**

$$\frac{\partial(\rho v)}{\partial t} + u \frac{\partial(\rho v)}{\partial z} + v \frac{\partial(\rho v)}{\partial r} = -\frac{\partial \rho}{\partial r} + \mu \left[ \frac{\partial^2 v}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial v}{\partial r} \right) \right] \quad (36)$$

## 3 - Equation d'énergie :

$$\frac{\partial(\rho T)}{\partial t} + u \frac{\partial(\rho T)}{\partial z} + v \frac{\partial(\rho T)}{\partial r} = -\frac{K}{C_p} \left[ \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T}{\partial r} \right) \right] \quad (37)$$

## II – 4 – 2 - 8 - Conditions initiales et conditions aux limites :

### 1 - Champ dynamique :

- **Dans le fluide :**

U : vitesse radiale;

V : vitesse longitudinale;

$$\begin{aligned} \text{à } t = 0 \quad & U(0, r > R_p, 0) = 0 \\ & U(0, 0 < r < R_p, 0) = U_e \\ & U(0, R_b, z) = 0 \\ & V(0, r, 0) = 0 \\ & V(0, R_b, H_b) = V_s \end{aligned} \quad (38)$$

Avec :  $V_s$  vitesse de sortie du fluide du bac déterminée à partir de la conservation du débit, elle s'écrit comme suit :

$$V_s = \frac{(U_e \times R_p^2)}{2 \times R_b \times \Delta z} \quad (39)$$

$$\begin{aligned} \text{à } t > 0 \quad & U(t, r > R_p, 0) = 0 \\ & \frac{\partial u}{\partial r} \Big|_{(t, 0, z)} = V(t, 0, z) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 U(t, 0 < r < R_p, 0) &= U_e \\
 U(t, R_b, z) &= 0 \\
 V(t, R_b, z) &= 0
 \end{aligned}
 \tag{40}$$

- **Dans la pièce :** Quelles que soient t, r et z on a :

$$U(t, r, z) = V(t, r, z) = 0 \tag{41}$$

**2 - Champ thermique :** Le champ thermique est également soumis à des conditions initiales et aux limites. Les températures initiales, à l'entrée du jet du fluide aux parois de la pièce et du bac de trempe, ainsi qu'à la sortie de ce dernier, sont fixées ainsi que la symétrie sur l'axe OZ.

#### II – 4 – 2 - 9 - Coefficient d'échange de la chaleur convectif :

- **Suivant OZ :**

$$\text{Flux de chaleur par conduction} : q = -K \frac{\partial T}{\partial r} \Big|_{(r=R_p)} \tag{42}$$

$$\text{Flux de chaleur par convection} : q = h(T_p - T_F) \tag{43}$$

A partir des équations (42) et (43) on tire le coefficient d'échange de la chaleur moyen :

$$\text{Flux de chaleur local} : h = \frac{\left( -K \frac{\partial T}{\partial r} \right)}{(T_p - T_F)} \tag{44}$$

D'où le coefficient d'échange thermique moyen :

$$\bar{h} = \frac{1}{H_p} \sum h_i \Delta z_i \tag{45}$$

De la même manière on trouve le coefficient d'échange thermique moyen suivant la direction

$$\text{radiale Or : } \bar{h} = \frac{1}{R_p} \sum h_i \Delta r_i \tag{46}$$

#### II – 4 – 2 - 10 - Vitesse de refroidissement :

La vitesse de refroidissement dans différents points de la pièce trempée s'écrit comme suit :

$$V_r(r, z, t) = \frac{T(r, z, t) - T(r, z, t + dt)}{dt} \quad (47)$$

#### II – 4 – 2 - 11 - Méthode de résolution numérique adoptée :

Après la formulation mathématique des différentes équations régissant le phénomène de transfert thermique, ainsi que les conditions initiales et aux limites. Le système d'équation va être résolu en utilisant une méthode numérique. Dans une première étape le système d'équations différentielles sera traduit en système d'équations algébriques (méthode de discrétisation par les volumes finis) ; le système algébrique non linéaire ainsi obtenu sera résolu par la méthode itérative de Gauss – Seidel.

#### II – 4 - 3 - TESTS DE BASE DES PROGRAMMES DE CALCULS ASSISTES PAR ORDINATEUR POUR LA DETERMINATION DES RESULTATS DE DURCISSEMENT :

D'après J.Bodin (1992), les modèles de calculs par simulation des processus de traitement thermique ont été développés à plusieurs endroits dans le monde. Grâce à eux, le résultat de traitement thermique peut être prédit, dans certaines limites, pour plusieurs combinaisons des paramètres du processus. L'objectif de cette étude a été de développer une procédure pour l'évaluation de modèles de calcul pour traitement thermique des aciers. L'étude est basée sur les données relevées de plusieurs traitements thermiques appliqués sur des pièces de dimensions différentes, fabriquées par plusieurs aciers de composition chimique bien définie. La dureté sera déterminée après trempe dans différents milieux de trempe. Il est montré que les programmes de calculs produisent des résultats qui sont considérablement différents des résultats expérimentaux. Évidemment, la méthode de modélisation du processus de trempe a une grande importance pour l'obtention de résultats fiables. De plus, la méthode de modélisation des transformations de phases a une influence sur les résultats.

#### II – 4 – 3 - 1 - Procédure de base des tests :

La procédure de base pour l'évaluation des programmes de calculs par ordinateur est illustrée dans la figure 2.5. La détermination des conditions initiales et les données du processus utilisé dans l'essai expérimental doit être précise, car les résultats des tests forment la base pour l'évaluation et le jugement des résultats calculés. Cependant certaines données sont aussi utilisées pour les calculs et, donc, il ne doit y avoir aucune erreur au sujet de l'exactitude de ces données.

Pour obtenir une mesure fiable des programmes de calculs, l'évaluation devrait être réalisée sous les conditions du respect de la trempabilité des aciers utilisés, des dimensions de la pièce à tester et sa sévérité de trempe, des conditions critiques de durcissement, ... etc. La variation de dureté de la surface jusqu'au cœur devrait être aussi grande que possible. Cela exige d'importantes conditions pour déterminer avec exactitude le matériau et les données du processus.

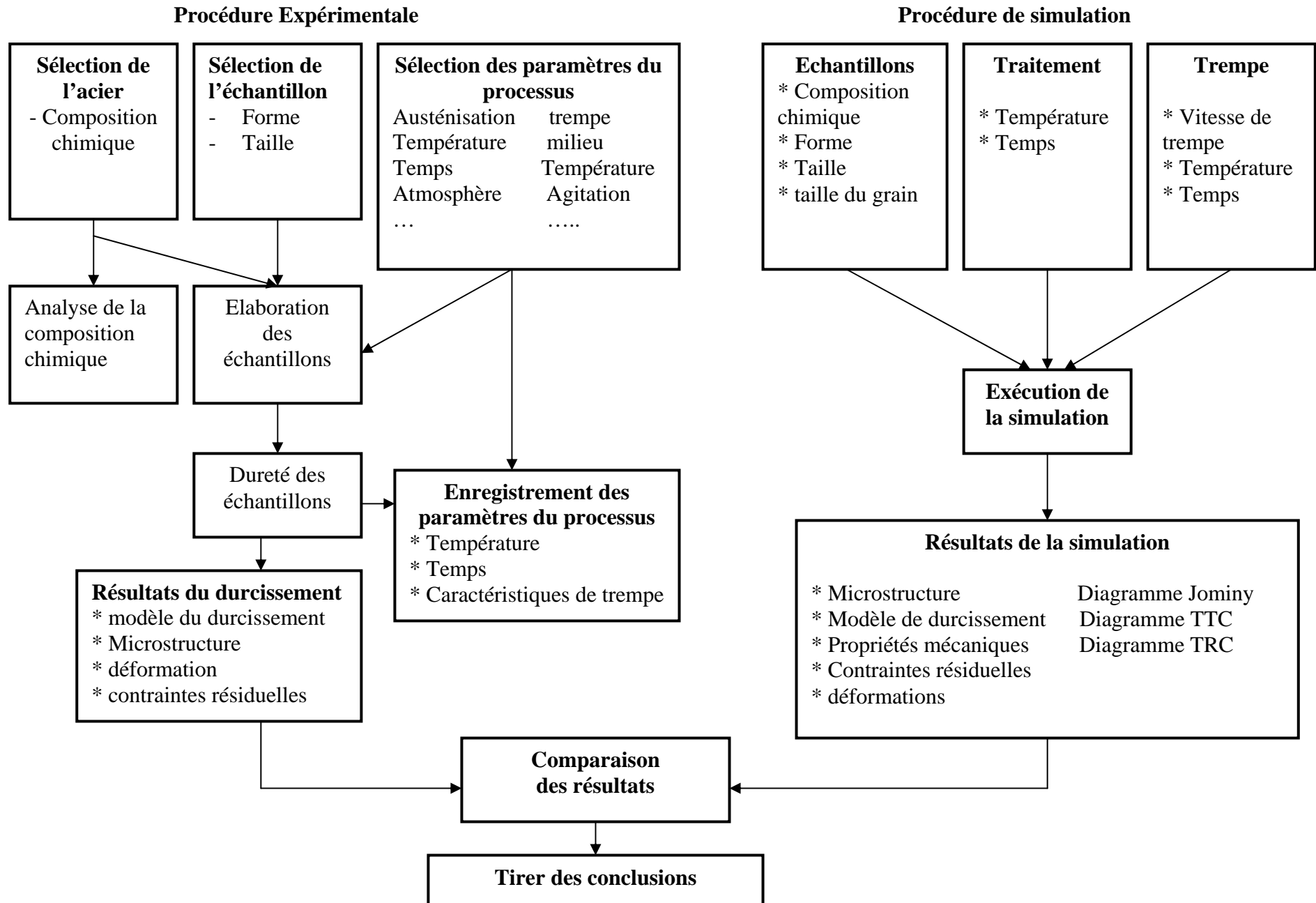


Figure 2. 5 : Procédure d'évaluation des programmes de calculs des traitements thermiques (J. Bodin 1992)

### III – 1 - REALISATION DU DRASTICITEMTRE :

Le drasticimètre (figure 3.1 et 3.2) est un appareil qui permet de mesurer et d'enregistrer les courbes et vitesses de refroidissement des solutions de trempe (pouvoir drastique). Ces dernières permettent de faire des comparaisons qui peuvent nous renseigner sur la meilleure manière de traiter nos alliages et ce, selon les besoins de leurs sollicitations les plus performantes.

#### **Le drasticimètre réalisé est constitué des éléments suivants :**

- Un four d'austénisation pouvant atteindre une température de 1000°C (pour nos essais une température de l'ordre de 850 à 900°C a été préconisée pour les aciers, environ 540 °C pour les alliages d'aluminium) ;
- Un dispositif de trempe ;
- Un système d'agitation par injection émergée du liquide de trempe ;
- Une éprouvette en Inconel 600 de diamètre  $\varnothing = 16$  mm et de hauteur  $h = 48$  mm, munie en son centre géométrique d'un thermocouple type SK2 ;
- Une interface de transmission de signal faisant la liaison entre le thermocouple (intercepteur du signal) et l'ordinateur (acquisiteur du signal) ;
- Un micro-ordinateur muni d'un logiciel d'exploitation de données sous Windows qui permet une représentation graphique personnalisée des courbes de refroidissement et des vitesses de refroidissement avec possibilité de faire des zooms.

Cet ensemble (drasticimètre) permet de prédire les caractéristiques mécaniques ainsi que les éventuelles déformations et tapures qui peuvent apparaître au cours des traitements thermiques par le biais des courbes et vitesses de refroidissement établies.

Le drasticimètre qui est devenu un outil très important dans le domaine des traitements thermiques permet aussi le développement de nouveaux produits. Par exemple, si on veut éviter à un alliage donné des transformations à base de ferrite sans provoquer de déformations ou de tapures après trempe, l'étude des liquides de trempe par le biais du drasticimètre permet de choisir le liquide qui donne le meilleur compromis entre de bonnes caractéristiques mécaniques (structure dépourvue de ferrite) et de faibles déformations, en choisissant les liquides qui procurent les vitesses de refroidissement les plus importantes à haute température et de faibles vitesses de refroidissement à basse température, ceci n'est possible que par une étude des courbes et vitesses de refroidissement qui permet de comparer plusieurs cinétiques de

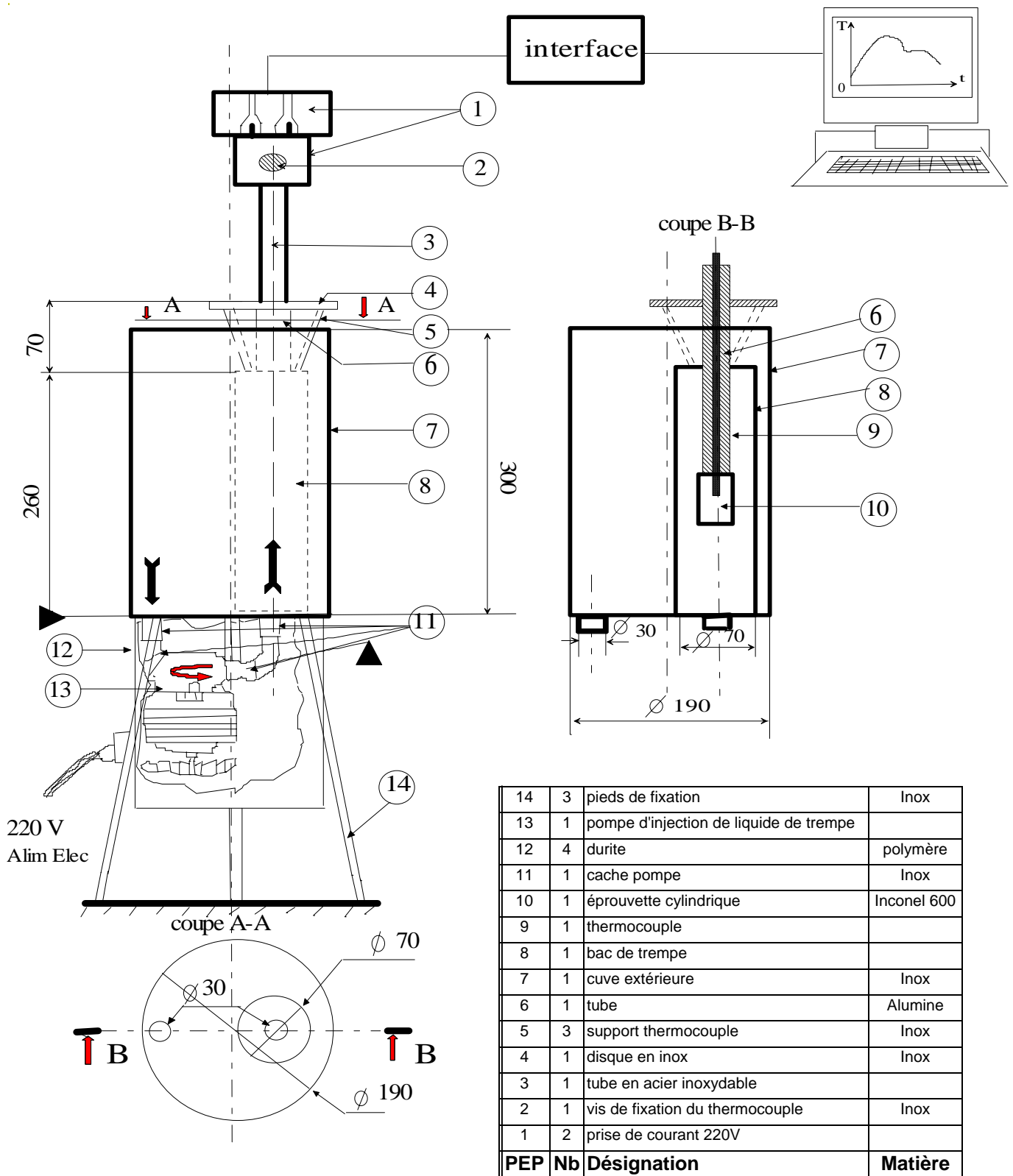
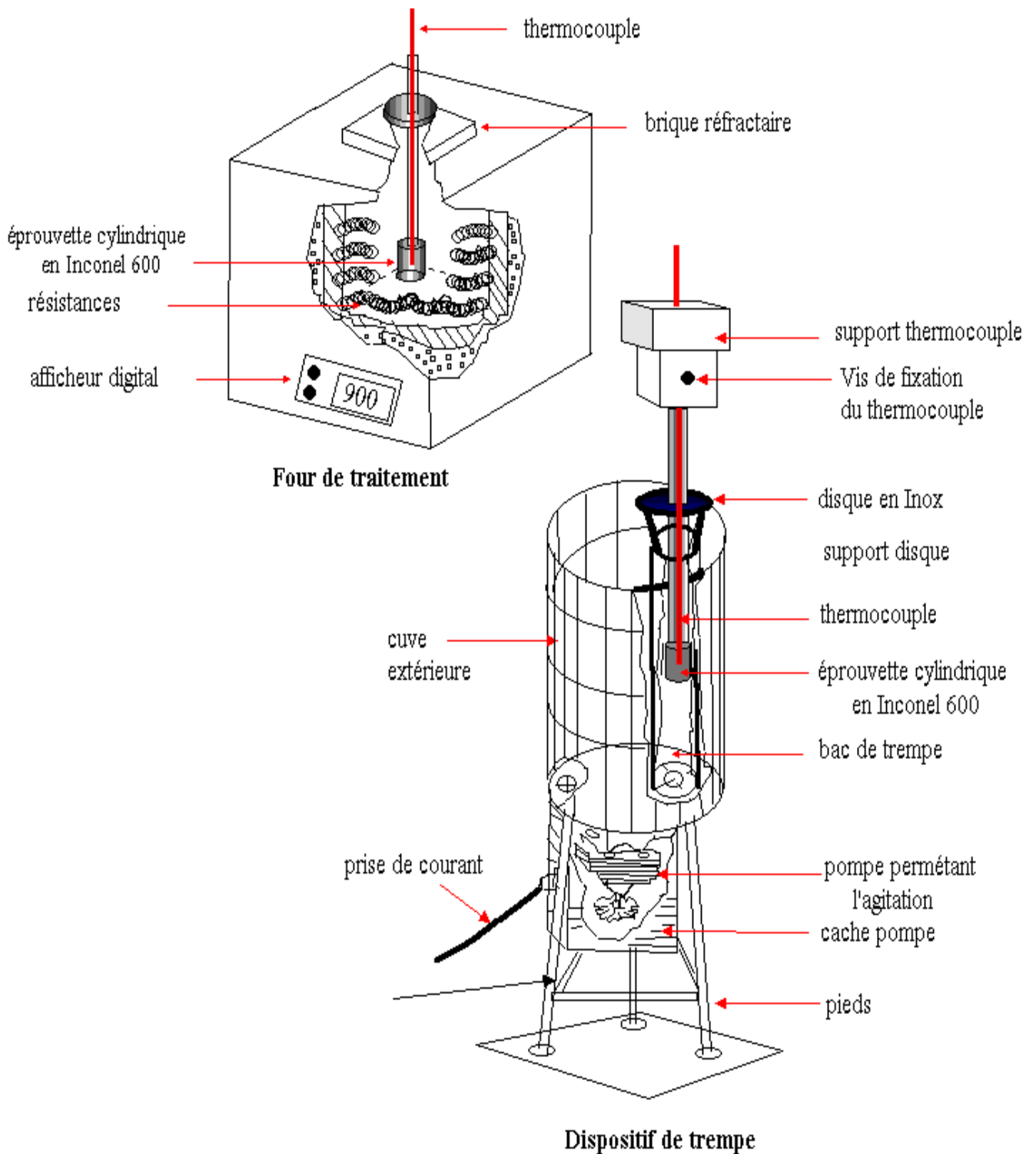


Figure 3.1 : Schéma du drasticimètre



**Figure 3.2 :** *Vue en perspective du dispositif de trempe et du four de traitement*

de refroidissement des fluides de trempe afin d'influer soit sur la température du bain de trempe, soit sur l'agitation soit sur les concentrations des solutions de trempe à base de polymère; c'est ainsi que les solutions de trempe à base de polymère ont été développées dans plusieurs laboratoires dans le monde; la particularité de leurs mécanismes de trempe :

- A haute température, la démixtion du polymère entraîne un dépôt d'une quantité de polymère sur les pièces traitées, ce qui conduit à une déstabilisation prématurée de la phase de caléfaction favorisant ainsi de grandes vitesses de refroidissement;
- A basse température, la redissolution du polymère dans l'eau favorise les faibles vitesses de refroidissement permettant ainsi d'éviter les tapures et les déformations des pièces traitées.

Le drasticimètre est un outil indispensable d'étude des liquides de trempe afin de choisir la solution de trempe la plus adaptée pour chaque alliage en établissant les conditions d'utilisation de chacun des liquides disponibles, à savoir : la température du bain de trempe, l'agitation du liquide et notamment la concentration en polymère pour optimiser au maximum les caractéristiques mécaniques des pièces traitées, diminuer les déformations et réduire le prix des traitements qui constitue 80% du prix de revient des pièces finies.

### **III - 2 - DISCUSSIONS DU CHOIX DU MONTAGE :**

#### **III – 2 - 1 - Le bac de trempe :**

Les bacs de trempe modernes sont fabriqués de sorte qu'ils tiennent compte de certains paramètres (température, volume de la masse trempée, fréquence des trempes, agitation, ... , etc.) qui assurent un bon refroidissement des pièces traitées dans de bonnes conditions de sécurité et de maintien des propriétés des liquides. Notre bac de trempe a été réalisé en alliage inoxydable afin de préserver nos différents liquides de trempe de toute contamination due à la corrosion.

La forme et le volume du bac de trempe sont parmi les paramètres les plus importants dans l'optimisation des transferts thermiques entre la pièce et le liquide de trempe. La réalisation de notre dispositif de trempe s'est axée sur la forme cylindrique utilisée par la quasi totalité des concepteurs de drasticimètre (J.P. ANDRIOLLO - 1996). Le deuxième paramètre qui est en l'occurrence la capacité du bac de trempe est lié essentiellement au volume de la charge trempée. Certaines publications (D.LEMAIRE 1976) avaient pris un rapport d'un quart (1/4) entre le volume de la masse trempée et le volume du liquide de trempe ( $V_{\text{masse trempée}} / V_{\text{liquide}} = 1/4$ ) pour les essais au laboratoire, tandis que pour les traitements destinés à la marche industrielle, le rapport  $V_{\text{masse trempée}} / V_{\text{liquide}} = 1/30$  a été adopté. Cette différence entre ces

deux rapports (1/4 et 1/30) est due au fait que les conditions d'essais dans le laboratoire se différencient par rapport aux essais dans l'industrie par : la durée en service du liquide de trempe, le volume de la charge à tremper, le nombre de cycles de trempe et la dégradation du liquide au fur et à mesure des cycles de trempe afin de garder une certaine stabilité des résultats. En ce qui concerne notre choix, nous avons utilisé la norme ISO DIS / 9950 qui indique que la capacité du dispositif de trempe doit être dans les environs de 1 litre pour une éprouvette élaborée en Inconel 600 de diamètre  $\varnothing = 16$  mm et de hauteur  $h = 48$  mm. Ce choix a été entrepris sur la base des paramètres suivants :

1. La norme ISO DIS / 9950 ;
2. Utilisation d'une petite quantité de liquide de trempe ;
3. Gain d'énergie, car plus le dispositif est grand et plus grande sera l'énergie employée pour la mise en marche de la pompe d'agitation du liquide de trempe ;
4. Un encombrement moindre pour l'installation du dispositif dans les laboratoires de recherche.

### III – 2 – 2 - Thermocouple :

Le thermocouple (figure 3.3) est l'une des parties les plus importantes de notre drasticimètre, car pour faire un choix judicieux qui permet de réaliser les meilleurs résultats escomptés il faut que le thermocouple choisi puisse résister à toutes les contraintes sévères et répétées rencontrées au cours des essais; pour cela, notre thermocouple doit être parfaitement adapté à son application, en vue de fournir des mesures de précision et une longévité que l'on attend de lui. Pour ce faire, lors de la réalisation de notre drasticimètre, on doit tenir compte des paramètres suivants :

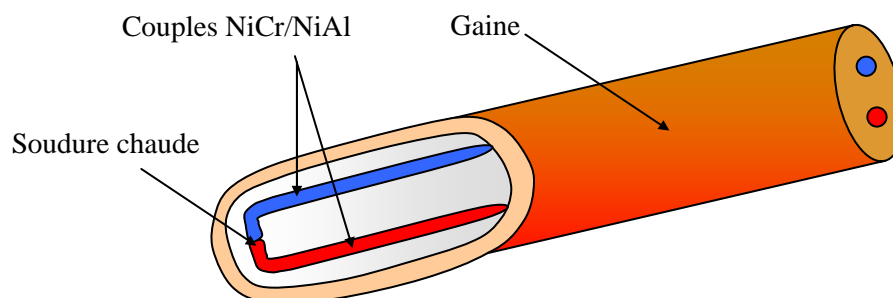


Figure 3.3 : Thermocouple

**A - Définir les besoins de notre montage :** Cela passe bien évidemment par la connaissance de la plage de température que doit mesurer notre thermocouple et la comparer avec l'intervalle de mesure de la température de nos expériences ainsi que des conditions de mesure telles que la nature chimique du milieu à mesurer, les contraintes physiques et mécaniques ... etc.

**B - La dérive du thermocouple :** On sait que tout capteur est susceptible de donner un écart de mesure de la température après un certain nombre de mesures, bien souvent cet écart n'est pas perçu par les opérateurs de pyrométrie; pour cela, certaines dispositions doivent être respectées :

- Soit mesurer l'écart entre un étalonnage initial et un deuxième ultérieur, réalisé dans les mêmes conditions de fabrication;
- Soit réaliser un étalonnage comparatif directement avec le dispositif de travail;
- Soit faire une inter comparaison entre les points déjà mesurés sur différents graphes réalisés ultérieurement dans les mêmes conditions d'essais.

**C - L'étalonnage du thermocouple :** Les thermocouples sont soit non étalonnés soit pré – étalonnés. Nous avons opté pour un thermocouple pré – étalonné sur la base des températures de consignes de nos essais avec un certificat d'étalonnage. Ce dernier, porte mention des incertitudes de mesure, ce qui nous a facilité notre travail;

**D - La précision de mesure du thermocouple :** Il existe une multitude de types de thermocouple (T, J, K, N, ... etc.) et chaque type de thermocouple est préconisé pour une plage de mesure de température spécifique et bien définie. Du fait que certains de ces thermocouples fonctionnent à basse température alors que d'autres travaillent à haute température, il était nécessaire de choisir parmi ces différents types de thermocouple le capteur de température le plus adapté à nos expériences. Notre choix s'est porté sur les thermocouples de type K (NiCr / NiAl "Chromel / Alumel") pour les raisons suivantes :

- La principale raison de notre choix était la plage de fonctionnement de ce type de capteur de température qui est comprise entre  $-50$  et  $1200^{\circ}\text{C}$ ;
- Son temps de réponse satisfaisant par rapport aux autres types de thermocouples (de l'ordre de la seconde) ;
- Sa précision de mesure de la température de ce type de capteur ;
- Sa disponibilité sur le marché Algérien.

**E - Le temps de réponse du thermocouple :** le temps de réponse d'un thermocouple qui peut aller de plusieurs dizaines de mesures par seconde jusqu'à une mesure pour chaque dizaine de minute, peut être un paramètre important ou de moindre importance selon les besoins. Dans le cas d'un drasticimètre, plus le temps de mesure est court, plus les phénomènes apparaissant au cours des différentes phases de refroidissement (caléfaction, ébullition et convection) seront mieux cernés et bien définis. Malheureusement le temps de réponse le plus court des thermocouples de type K disponibles sur le marché Algérien et correspondant à la plage de température de nos expériences est d'une seule mesure de température à chaque deux seconde; néanmoins, ce temps de réponse nous a permis de tracer nos courbes de refroidissement avec succès;

**F - La robustesse du thermocouple :** La robustesse du thermocouple est naturellement fonction : des contraintes thermiques, de la température maximale de consigne et de la nature chimique du milieu de fonctionnement ; de ce fait, la connaissance des matériaux de fabrication du thermocouple est liée à son application dans les différents bains de trempe ;

**G - La convivialité du thermocouple :** la sortie du signal du thermocouple est importante, car selon le dispositif à réaliser, elle peut s'effectuer par câble solidaire, ou sur un connecteur, ou encore sur une tête pour les applications dans le domaine chimique pour des température n'excédant pas les 100°C. Dans notre cas, nous avons choisi un capteur de température de sortie de signal thermique sur connecteur afin de le brancher sur l'interface de notre dispositif qui fait la liaison entre le thermocouple et le micro-ordinateur.

Ces paramètres nous montrent que la température n'est pas le seul critère à prendre en considération pour faire un choix judicieux d'un thermocouple. Soumis à différents modes d'usure, le capteur de température perd peu à peu ses caractéristiques métrologiques, et doit être réétalonné. Sa longévité n'est pas affaire de hasard, elle relève le plus souvent d'un compromis entre la plage de température, le temps de réponse, la précision désirée, et les caractéristiques mécaniques de l'installation.

### III – 2 - 3 - L'éprouvette test (Inconel 600) :

En ce qui concerne la caractérisation du pouvoir refroidissant, la caractéristique qui nous intéresse en premier lieu, il existe plusieurs méthodes pour sa détermination, deux d'entre elles sont normalisées, les mesures du pouvoir refroidissant ou mesures de drasticité sont fondées sur le suivi de la température d'une éprouvette soit en acier 38C2 utilisé dans certains laboratoire (D.

LEMAIRE 1976), soit en argent selon la norme AFNOR 60 178 soit en Inconel 600 selon la norme ISO DIS / 9950 pendant la trempe.

Nous avons adopté une éprouvette cylindrique en Inconel 600 d'une hauteur de 48 mm et d'un diamètre de 16 mm selon la norme ISO en concordance avec le volume du bac de trempe choisi. De plus, l'emploi de ce type d'alliage comme éprouvette de référence pour l'enregistrement des lois de refroidissement des différentes solutions de trempe a l'avantage de n'enregistrer que l'échange thermique entre le solide et le liquide de trempe sans qu'il y ait interférence avec l'énergie thermique des transformations dans l'éprouvette, car ce type d'éprouvette ne présente pas de transformations de phase dans le domaine de température entre 0 et 900°C.

Seulement certaines conditions doivent être respectées pour que l'éprouvette test puisse donner de bons résultats :

- L'état de surface de l'éprouvette doit toujours être le même. Dans notre cas, l'éprouvette en Inconel 600 a été usinée sur un tour mécanique puis sur une rectifieuse. En plus de l'état de surface, l'éprouvette doit être dépourvue de toute trace d'oxydation même très faible, sinon les conditions de refroidissement seraient modifiées au fur et à mesure des essais.
- La soudure chaude du thermocouple doit être logée au fond du trou axial percé dans l'éprouvette. Si un bon contact n'est pas assuré, l'évolution de la température de l'éprouvette sera enregistrée avec du retard et les phases de refroidissement ne seront pas bien mises en évidence; pour cela, nous avons emmanché notre thermocouple dans l'éprouvette avec serrage afin d'assurer un contact permanent entre eux.
- Le raccord de fixation du thermocouple à l'éprouvette doit être suffisamment étanche pour éviter une entrée du liquide de trempe à l'intérieur du trou de logement du thermocouple, sinon l'enregistrement des courbes de refroidissement serait erroné.

### **III – 2 - 4 - L'acquisition des données :**

L'acquisition des données peut être faite par plusieurs méthodes, on cite :

- a - Par lecture directe des valeurs ;
- b - Enregistrement des données par un enregistreur graphique sur table traçante ;
- c - Par un enregistrement informatique en utilisant une interface reliant un thermocouple à un micro-ordinateur par le biais d'un logiciel informatique.

### **Discussion des différentes méthodes d'acquisition :**

- La lecture des valeurs est une méthode destinée à relever une valeur de température de traitement thermique bien précise telle que la température d'austénisation d'un alliage métallique ou tout autre traitement thermique. Avec cette méthode d'acquisition des données, on ne peut relever plusieurs valeurs de température en fonction du temps car, pour relever une température ainsi que le temps correspondant nous perdrons plusieurs autres valeurs et à la fin du traitement nous n'aurons que quelques températures en fonction du temps qui ne représenteront pas véritablement la cinétique de refroidissement de notre échantillon.
- L'acquisition des données par un enregistreur graphique est l'une des méthodes les plus répandues dans le monde. Cette méthode permet de tracer des courbes de large domaine de température en fonction du temps, cet enregistrement peut s'étendre de quelques secondes à plusieurs semaines voir plusieurs mois de traitement. Les courbes obtenues par ce type d'enregistrement décrivent assez bien les différentes phases de refroidissement (caléfaction, ébullition et convection) au cours d'un traitement thermique tel que la trempe, ce qui a permis aux chercheurs de bien avancer dans le domaine de la caractérisation des liquides de trempe et leurs classifications.
- L'acquisition des données par micro-ordinateur par le biais d'une interface le reliant au thermocouple est la méthode la plus récente et la plus fiable dans ce domaine. Cette méthode peut enregistrer et stocker les couples de valeurs température - temps de milliers d'expériences avec une grande précision (jusqu'à plusieurs centaines de valeurs par seconde) et avec un minimum d'espaces sur le micro-ordinateur sous forme de fichier data par l'intermédiaire d'un logiciel conçu à cet effet; puis selon notre choix, on trace soit les courbes de refroidissement soit les vitesses de refroidissement ou les deux courbes sur un même graphe au même moment, ce qui n'est pas réalisable avec les deux méthodes précédentes. En plus, cette méthode permet aux chercheurs de faire des comparaisons de grande précision entre différentes expériences en traçant leurs courbes sur un même graphe ou en comparant directement les couples de valeurs température - temps ou vitesse de refroidissement en fonction du temps afin d'optimiser à chaque type d'alliage le liquide de trempe le plus adéquat.

Dernièrement, une nouvelle génération de drasticimètre est apparue, en plus des options citées ci-dessus. Certains drasticimètre ont été dotés d'une banque de données

regroupant les courbes TTC et TRC ainsi que les structures de plusieurs alliages afin de prédire les pourcentages de phases qui peuvent apparaître après traitement thermique et même de définir la cinétique de refroidissement optimale qui favorisera la formation des structures donnant les meilleures caractéristiques mécaniques sans provoquer de déformations ou tapures.

### **III – 2 - 5 - L'agitation des liquides de trempe :**

Dans les systèmes de trempe en liquide, le seul paramètre surveillé jusqu'à un passé non lointain était la température du liquide de refroidissement. Tous les autres paramètres pouvant également influencer la sévérité de trempe, comme le débit la vitesse de circulation du liquide à travers et autour de la pièce traitée étaient négligeables.

#### **A – Importance de l'agitation du liquide de trempe :**

Pour leur conférer les propriétés nécessaires à leur emploi, la plupart des alliages métalliques sont trempés au cours de leur traitement thermique. Cette trempe s'effectue soit par immersion dans un liquide vaporisable ou non, soit par pulvérisation de liquide. Le refroidissement de trempe idéal procure à la pièce traitée de bonnes caractéristiques mécaniques associées à une absence de contraintes résiduelles et déformations. Ces deux conditions sont antagonistes et l'on doit trouver un compromis. Cela conduit à la notion de refroidissement de trempe optimal.

Ces dernières décennies, plusieurs études ont été réalisées pour mettre en évidence l'influence de l'agitation (sous ses multiples formes) sur les caractéristiques mécaniques des pièces traitées.

L'agitation d'un liquide de trempe est la création d'un puissant flux hydraulique directionnel capable de provoquer successivement en tout point du liquide de trempe, des perturbations (turbulences) désordonnées afin d'obtenir aucune zone de faible vitesse de refroidissement, quels que soient la géométrie du bac et les obstacles qu'il contient (pièces, montages) ;

#### **B – Le rôle de l'agitation sur les liquides de trempe est :**

- De renouveler le liquide de trempe à la surface des pièces pour favoriser un bon échange thermique ;
- De réaliser un refroidissement uniforme qui évitera les points mous et les déformations ;
- D'homogénéiser la température au sein du bac de trempe.

### **C** – Effets de l'agitation sur les liquides de trempe :

L'agitation influe sur les liquides de trempe en

- Modifiant la courbe de drasticité en augmentant la vitesse de refroidissement dans les phases de caléfaction et de convection ;
- Améliorant le pouvoir trempant des liquides de trempe, et par conséquent, des duretés (niveau et homogénéité) ;
- Créant soit un flux tangentiel et laminaire qui épousera le profil des pièces afin de limiter au maximum les déformations et les tapures de trempe soit un flux transversal percutant violemment la surface à refroidir et provoquant des chocs thermiques importants. Ce dernier est destiné au refroidissement d'acier à faible trempabilité et des pièces où les risques de déformations et de tapures sont faibles.

### **D** – Différents types d'agitation des liquides de trempe :

Pour la réalisation de notre drasticimètre, nous avons choisi parmi les divers types d'agitation des liquides de trempe, le type d'agitation le plus adapté et le plus performant.

Dans ce qui suit, nous allons citer deux formes d'agitation les plus utilisées dans la trempe :

- L'agitation globale ou l'agitation par hélice : c'est l'une des plus anciennes méthodes d'agitation des liquides de trempe où le flux de liquide est orienté autour de la pièce à refroidir. Avec ce type de refroidissement, le risque de provoquer des points mous (endroits de la pièce à faible vitesse de refroidissement) est très important, car la circulation du liquide autour de la pièce à refroidir ne pourra jamais déstabiliser le film de vapeur de la phase de caléfaction (comme si la circulation du liquide de trempe encerclait le film de vapeur et empêchait sa rupture autour de la pièce).
- L'agitation par pulvérisation ou par injection émergée : ce type de refroidissement utilise comme dispositif de pulvérisation une pompe en-dessous du bac de trempe, qui crée un flux de liquide directionnel capable de propager successivement en tout point du liquide de trempe des turbulences désordonnées afin d'obtenir un refroidissement uniforme en tout point de la pièce quels que soit sa forme ou son emplacement dans le bac de trempe. C'est le dispositif d'agitation que nous avons adopté dans le montage de notre drasticimètre.

#### **IV - 1 - MATERIAUX UTILISES POUR LA TREMPE :**

Selon la désignation de la norme AFNOR, les nuances utilisées sont :

- L'acier faiblement allié 16NC6 ;
- Les aciers au carbone XC18 et XC38 ;
- Alliage d'aluminium A-S10G.

Le choix de ces nuances a été pris selon deux critères :

- Le premier critère est celui de la disponibilité des matériaux au niveau du laboratoire de la SNVI – DFR, ainsi que de leur usage dans l'industrie mécanique;
- Le deuxième critère est l'intérêt des liquides de trempe à base de polymère à tremper les aciers au carbone et les aciers faiblement alliés, qui en général, ne donnent pas de résultats satisfaisants du point de vue caractéristiques mécaniques.

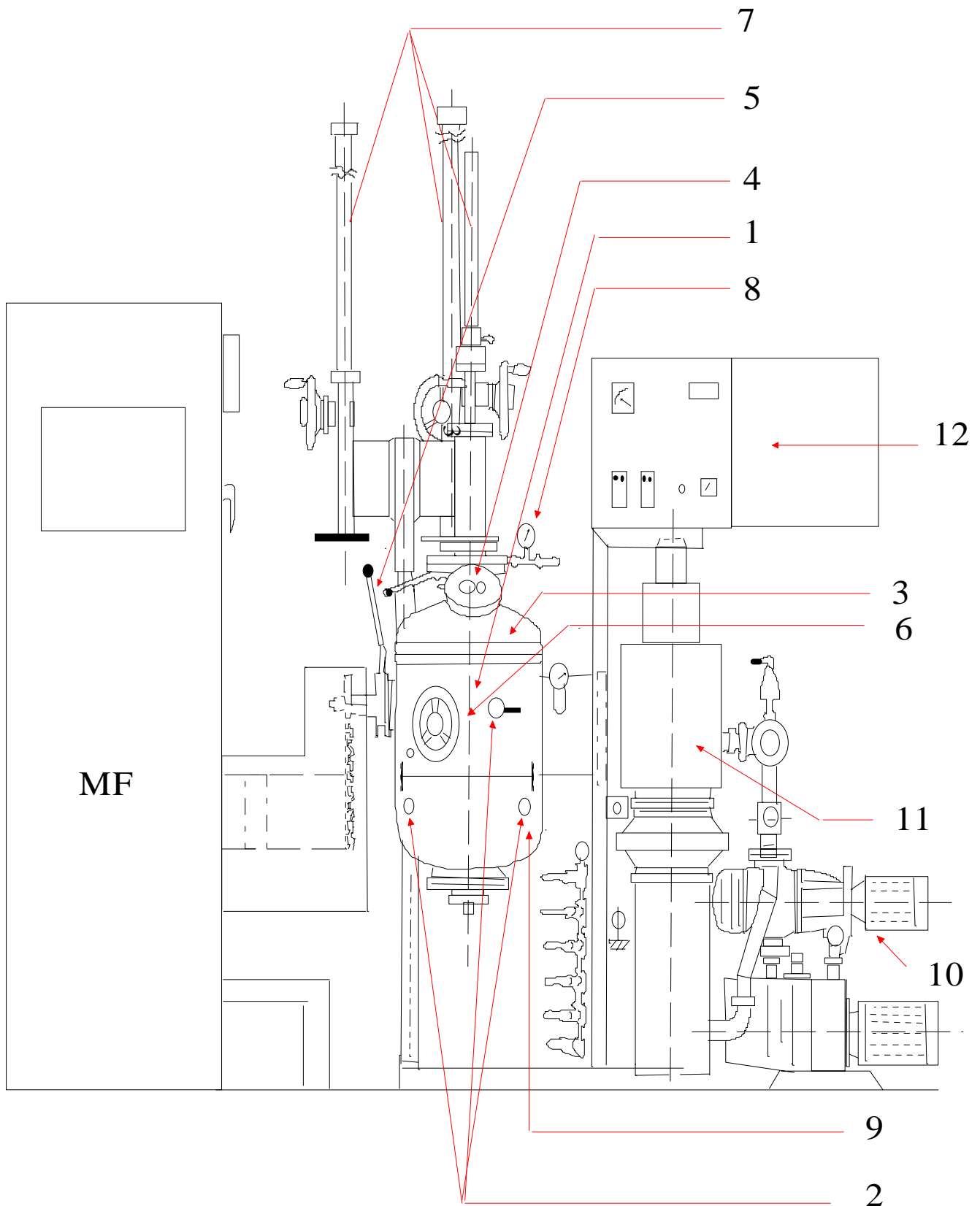
#### **IV – 2 - ELABORATION DE L'INCONEL 600 :**

L'élaboration de l'Inconel 600 a été réalisée dans un four à induction sous vide au niveau du laboratoire de métallurgie (HCR – Draria), ce type de four facilite les opérations de fusion et de coulée sous vide, sous gaz inerte ou sous pression atmosphérique.

Dégazage du métal liquide : Le vide dans le four permet le dégazage et l'élimination des impuretés volatiles dont la solubilité diminue à mesure que la pression baisse. Le dégazage du métal pendant le maintien sous vide est fonction du temps, de la pression et de la température.

##### **IV – 2 - 1 - Description du four à induction sous vide :**

Le four à induction sous vide (figure 4.1) utilisé est composé : d'une chambre du four (1) (dans laquelle est placé l'inducteur avec son support et son creuset réfractaire) munie de plusieurs ouvertures (2), permettant d'adapter les différents dispositifs et autres éléments qui complètent. Cette chambre construite en doubles parois d'acier inoxydable, amagnétique, est refroidie par circulation intérieure d'eau. Le couvercle du four (3) peut être facilement déplacé (verticalement et horizontalement) permettant ainsi un bon accès à l'intérieur de la chambre, ce couvercle est équipé d'une lunette (4) par laquelle est possible de visualiser à l'intérieur de la chambre les opérations de fusion et de coulée. L'inducteur est un enroulement en tube de cuivre refroidi par une circulation intérieure d'eau et recouvert d'une matière protectrice. Pour la coulée, l'inducteur peut être basculé manuellement par un levier (5). La coulée se fait dans un moule placé sur une table tournante permettant de faire, si nécessaire, la coulée dans plusieurs moules



1- Chambre du four; 2- Ouverture; 3- Couvert du four; 4- Lunette; 5- Levier; 6- Chambre;  
7- Sas standards; 8- Vanne; 9- Dispositif d'introduction de gaz; 10- Pompe primaire;  
11- Station de pompage; 12- Armoire de commande.

**Figure 4.1 :** Schéma du four à induction sous vide

introduits simultanément dans la chambre (6). D'autre part, pour adapter au four des conditions opératoires spéciales, un nombre de sas standards (7) sont prévus. On ne peut connecter au four qu'un seul sas, à partir d'une ouverture munie d'une vanne (8), assurant ainsi un maintien du vide durant le changement de sas, leurs fonctions sont principalement au nombre de trois :

- Les additions au cours de l'opération, de petites quantités de matériaux;
- Le prélèvement de la température par un thermocouple à immersion;
- L'échantillonnage au cours de l'opération (prise d'échantillon à partir du métal fondu).

Un autre mécanisme avec un dispositif (9), placé dans le four, permet d'introduire directement à l'intérieur du bain les gaz de réaction. Pour permettre d'assurer un bon fonctionnement du four, notamment l'échappement des gaz, le chauffage rapide et la mise sous pression optimale, le four est équipé d'un groupe de pompage rapide composé d'une pompe primaire (10) qui produit un vide de l'ordre de  $10^{-2}$  mbar et une pompe secondaire (pompe à diffusion) avec laquelle on peut atteindre un vide de l'ordre de  $10^{-5}$  mbar et qui ne fonctionne qu'après mise en service du vide primaire.

Le four peut être donc divisé en trois parties principales :

- La chambre du four ;
- L'équipement de pompage ;
- Le cabinet de contrôle.

#### IV – 2 - 2 - Pesée des quantités d'éléments à fusionner :

Selon la norme ISO DIS/9950, le cylindre en Inconel 600 est de diamètre  $\varnothing = 16$  mm et de hauteur  $h = 48$  mm.

On a :

Ni : $\rho = 8.90 \text{ g/cm}^3$	$T_f = 1453 \text{ }^\circ\text{C}$
Cr : $\rho = 7.19 \text{ g/cm}^3$	$T_f = 1857 \text{ }^\circ\text{C}$
Fe : $\rho = 7.86 \text{ g/cm}^3$	$T_f = 1536 \text{ }^\circ\text{C}$

Avec :  $\rho$  la masse volumique et  $T_f$  la température de fusion.

l'Inconel 600 est constitué de : 80% de Ni, 14% Cr et de 6% de Fe. Cette nuance ne présente pas de transformation de phase dans l'intervalle de température 0 et  $900^\circ\text{C}$ , l'emploi de ce type d'alliage comme éprouvette de référence pour l'enregistrement des lois de refroidissement des différentes solutions de trempe a l'avantage de n'enregistrer que le transfert thermique entre le solide et le liquide de trempe sans qu'il n'y ait interférence avec l'énergie thermique dégagée

lors des transformations de phases dans le solide car, ce type d'alliage ne présente pas de transformations de phases dans la plage de température employée.

Les quantités fusionnées sont :

Masse du Ni = 240 g ;

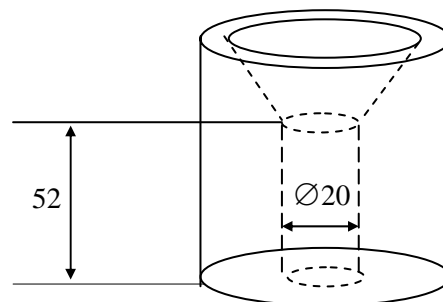
Masse du Cr = 42 g ;

Masse du Fe = 18 g.

#### IV – 2 - 3 - Déroulement de l'opération (élaboration de l'Inconel 600)

Nous avons réalisé l'élaboration de l'Inconel 600 dans un four à induction sous vide, en respectant les étapes suivantes :

- Nettoyage du creuset par pression d'air, pour éviter toutes sortes de contamination ;
- Disposition des échantillons (matière à fusionnée) dans le creuset ainsi préparé ;
- Disposition du moule préalablement chauffé sur la table tournante et vérification de sa position pour qu'elle corresponde le mieux possible à la coulée ;
- Fermeture du couvercle du four, mise en marche du refroidisseur, de l'alimentation et du système de pompage ;
- La pression prévue atteinte, augmentation graduelle de la température pour entraîner un chauffage progressif de l'échantillon, jusqu'à fusion totale ;
- Maintien du bain à l'état liquide pendant une durée adéquate afin de lui permettre une bonne homogénéisation ;
- Surchauffe du bain en fusion au moment de la coulée ;
- Moulage de l'alliage obtenu dans un moule en graphite, dont la forme et les dimensions sont indiquées sur la figure 4.2, ceci est effectué après avoir coupé le courant inducteur ;
- Après refroidissement, extraction du lingot du moule.



**Figure 4.2 :** Schéma du moule en graphite pour la coulée de l'Inconel 600

#### **IV – 3 - ELABORATION DE L'A-S10G (alliage d'aluminium) :**

L'alliage d'aluminium A-S10G a été élaboré au niveau de la fonderie aluminium de la SNVI-DFR dans un four de fusion à gaz ; nous avons d'abord introduit la charge métallique et les éléments de correction dans le four jusqu'à fusion complète de la charge ; lorsque la température du métal liquide atteint 750 °C, nous procédons au dégazage du métal puis à sa désoxydation. Une fois que le métal est bien traité avec le produit d'affinage (modificateur), nous répartissons une couche de produit de protection sur toute la surface du liquide en contact avec l'air, juste avant que le métal ne soit versé dans les moules en sable à vert.

**1 - Charge métallique :** Elle est composée de :

65 % retours (jets de coulée, masselotte, rebut pièce) = 13 Kg ;

35 % métal neuf ( lingot A-S10G Pechiney) = 7 kg;

**2 - Eléments de correction :**

1 % de AM10 (alliage aluminium à 10 % de manganèse) = 0.2 Kg ;

2 % de AG10 (alliage aluminium à 10 % de magnésium) = 0.4 Kg ;

**3 - Eléments de traitement :**

0.4 % de produit de dégazage (dég 190) = 0.08 Kg ;

1 % de produit de désoxydation (coveral 220) = 0.2 Kg ;

2 % de produit de protection (coveral 11) = 0.4 Kg ;

**4 - Élément d'affinage :**

1 % de produit d'affinage (coveral 36).

#### **IV – 4 - ANALYSE CHIMIQUE :**

L'analyse chimique a été effectuée afin de vérifier la conformité des différentes nuances utilisées.

##### **IV – 4 – 1 - Analyse chimique du carbone :**

L'analyse du carbone a été effectuée à l'aide d'un analyseur "LECO" au niveau du laboratoire de la Division Fonderie de Rouiba (SNVI). Le principe de l'analyse est le suivant : le circuit à gaz, en boucle fermée, est rempli à 100% d'oxygène sous une pression de 0.28 KG/cm<sup>2</sup>. Lors de la combustion d'un échantillon, il se forme approximativement 97% de CO<sub>2</sub> et 3% de CO. De même, la présence du fer de l'échantillon et du cuivre de l'accélérateur entraîne la formation de l'oxyde.

Un catalyseur transforme le CO et le CO<sub>2</sub>, et la concentration à l'intérieur de la boucle devient rapidement homogène en présence de l'oxygène pur, le maximum d'énergies arrive

au détecteur en présence de CO<sub>2</sub>, cette énergie décroît, la différence est traitée électriquement et affichée au voltmètre en % de carbone.

#### **IV – 4 – 2 - Analyse chimique des autres éléments par spectrométrie :**

Les atomes de l'échantillon sont excités par un arc électrique à haute tension, ce qui donne donc lieu à l'émission d'étincelles constituant une source de lumière polychromatique. Cette lumière est projetée sur un miroir qui la renvoie en la diffractant sous forme de raies spectrales qui viennent se former sur le cercle de Rowland.

Les raies choisies pour le dosage sont isolées par des fentes, dites secondaires et leur lumière, par l'intermédiaire de petits miroir cylindro-concaves, est focalisée sur la cathode d'un récepteur photoélectrique. Ce dernier, effectue la conversion énergie lumineuse en énergie électrique et le signal qu'il délivre est un courant proportionnel à l'intensité de la raie, donc proportionnel à la concentration de l'élément auquel appartient cette raie. Un programme informatique désigne les éléments à doser et leurs teneurs sont traitées automatiquement.

- Il est à noter que les aciers XC18, XC38 et 16NC6 ont été analysés au niveau de la fonderie Rouiba avec un spectromètre type ARL 34000, l'Inconel 600 a été analysé par spectrométrie de fluorescence des rayons X au niveau du CDM de Draria (HCR), quant à l'A-S10G, son analyse chimique a été effectuée par voie humide au laboratoire de chimie à la SNVI – DFR.

#### **IV – 5 - PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR LA TREMPE :**

A partir d'une barre cylindrique de diamètre 50 mm des différentes nuances utilisées dans la trempe, nous avons usiné à l'aide d'une machine (un tour) les échantillons suivants :

- Des cylindres de diamètre 40 mm et de hauteur de 20 mm;
- Des éprouvettes de traction, selon les dimensions de la norme AFNOR A 03 – 151 (figure 4.7).

#### **IV – 6 - TRAITEMENTS THERMIQUES (TREMPE ET REVENU) :**

##### **IV – 6 – 1 - Description du four à moufle utilisé :**

Ce type de four est couramment utilisé en élaboration ou en traitements thermiques pour les différents types de recuit ou de revenu. Il peut être chauffé soit au gaz, soit à l'électricité; l'uniformité de la température sur les pièces traitées peut être garantie à plus ou moins 10 °C à la température maximale.

Les traitements thermiques de trempe ont été effectués au niveau du laboratoire de métallurgie de la faculté du génie des procédés – USTHB, tandis que les traitements de revenu ont été réalisés au niveau du laboratoire de métallurgie de la fonderie Rouiba – SNVI.

#### IV – 6 – 2 - Traitements thermiques des aciers utilisés :

1. **Trempe :**
  - Chauffage jusqu'à la température  $T = 850^{\circ}\text{C}$ .
  - Maintien à cette température pendant  $t = 30$  minutes.
  - Trempe dans les différents bains.
2. **Revenu :**
  - Chauffage jusqu'à la température  $T = 220^{\circ}\text{C}$ .
  - Maintien à cette température pendant  $t = 2$  heures.
  - Refroidissement à l'air.

#### IV – 6 – 3 - Traitements thermiques de l'A-S10G :

1. **Trempe :**
  - Chauffage jusqu'à la température  $T = (540 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ .
  - Maintien à cette température pendant  $t = 8$  heures.
  - Trempe dans les différents bains.
2. **Revenu :**
  - Chauffage jusqu'à la température  $T = (170 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ .
  - Maintien à cette température pendant  $t = 6$  heures.
  - Refroidissement à l'air.

#### IV - 7 - SOLUTIONS DE TREMPE UTILISEES :

Nous avons utilisé trois types de bains de trempe :

1. L'eau ;
2. L'huile "la TORADA 22.1" et l'huile industriel "la Shell 8230";
3. Solutions aqueuses à base de polymère.

**Remarque :** Il est à noter que 25 solutions aqueuses à base de polymère de différentes concentrations ont été préparées, au niveau du laboratoire de chimie "laboratoire macromoléculaire" de l'institut de chimie à USTHB, comme suit :

- Pesée des quantités de polymère pour l'obtention des concentrations désirées, à savoir 25, 20, 15, 10 et 5 % des bains de trempe ;
- Dissolution des polymères par un agitateur magnétique pendant plusieurs heures afin d'assurer l'homogénéité des solutions préparées ;
- Les polymères utilisées sont :

\* Polydur A

\* Polyéthylène – glycol '4000, 10000, 35000'

\* Polyvinyl-pyrrolidon '15000'

#### **IV – 8 - MESURE VISCOSIMETRIQUE (viscosimètre capillaire d'Ubbelohde) :**

Nous avons réalisé nos mesures viscosimétriques au niveau du laboratoire de chimie à la SNVI avec un viscosimètre à niveau suspendu (type Ubbelohde). Le volume total du liquide peut varier dans de larges limites, avec une étendue de mesure de 0.02 à 100 st.

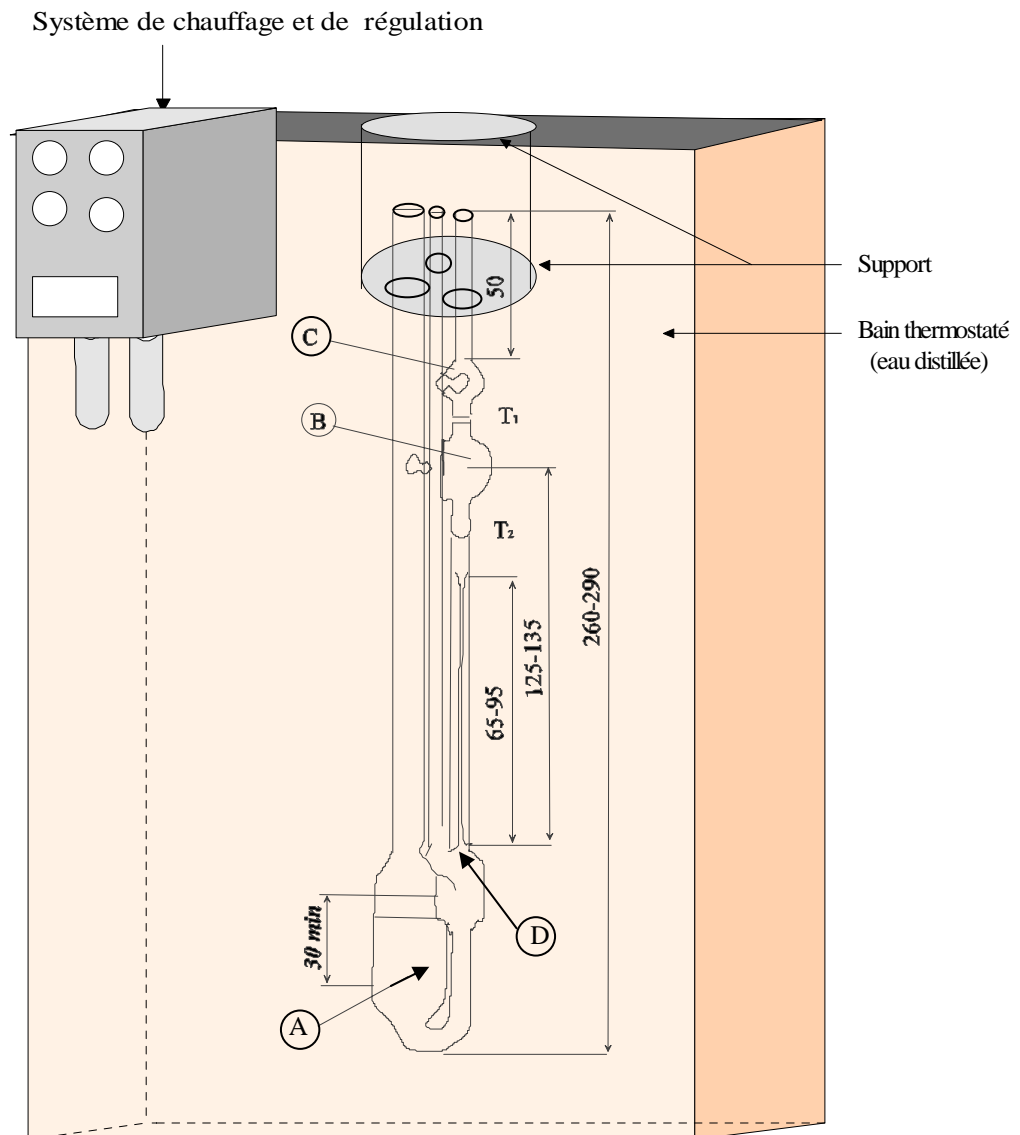
Le volume de liquide dont on mesure le temps d'écoulement à travers le capillaire, est en général, défini par un bulbe situé à la partie supérieure du tube, et encadré par deux repères  $T_1$  et  $T_2$ . La figure 4.3 donne une représentation schématique de ce viscosimètre.

Le viscosimètre Ubbelohde est monté dans un bain (eau distillée) à température constante, ajusté à 1 degré près de la verticale, à l'aide d'un support.

##### **IV - 8 – 1 - Déroulement de l'opération de mesure :**

1. Après avoir introduit dans le réservoir A (figure 4.3) une quantité suffisante de liquide, laquelle dépend des caractéristiques géométriques de l'appareil, on obstrue l'ouverture 2 et on applique par l'ouverture 1, une pression qui fait monter le liquide à travers le capillaire vers les bulbes B et C.
2. Une fois que le liquide se trouve dans le bulbe C, on remet successivement les ouvertures 1 et 2 à la pression atmosphérique. La colonne de liquide se rompt alors en D, à l'extrémité inférieure du capillaire.
3. On mesure ensuite le temps que met le liquide pour descendre du repère  $T_1$  au repère  $T_2$ .

La viscosité dépend beaucoup de la concentration et de la température des liquides de trempe ; elle augmente proportionnellement avec l'augmentation de la concentration et diminue avec l'augmentation de la température. Le but de cette partie de notre étude, est d'établir les courbes d'étalonnage, en mesurant la viscosité des différentes solutions de trempe utilisées (l'eau, les huiles et les solutions des différents polymères aux concentrations de 5, 10, 15, 20 et 25 %) aux températures de 25 et 40°C.



**Figure 4.3** : Schéma du viscosimètre Ubbelohde avec le dispositif de chauffage

(Norme ISO 315-1976)

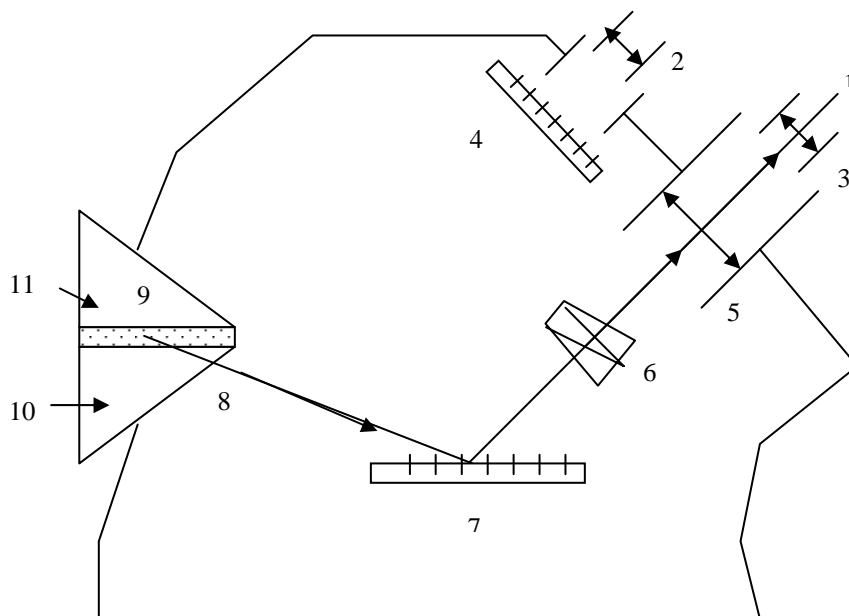
#### IV – 9 - MESURE REFRACTOMETRIQUE (Réfractomètre ABBE) :

Ce type de réfractomètre permet de mesurer l'indice de réfraction par la recherche de la direction du faisceau correspondant à l'angle limite de réfraction. Il est l'appareil le plus utilisé aux laboratoires et dans l'industrie.

#### IV - 9 – 1 - Description de l'appareil :

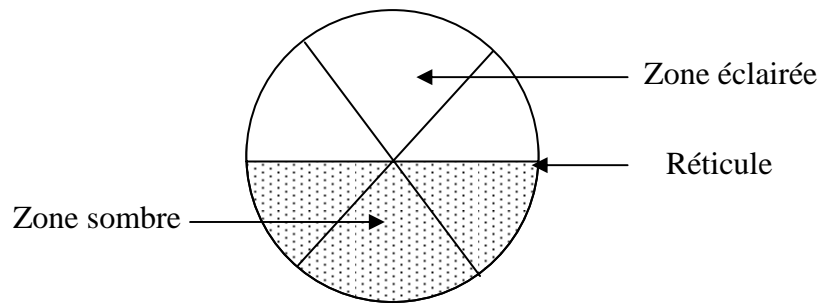
La figure 4.4 donne une représentation schématique du réfractomètre ABBE. A l'avant, est fixée le prisme de référence (10) sur lequel s'articule un prisme d'éclairage ou prisme auxiliaire (9); quand le prisme auxiliaire est rabattu, les montures des deux prismes forment un compartiment de faible épaisseur destiné à recevoir les liquides, et la lumière est admise par la fenêtre antérieure (11). La rotation du miroir permet d'amener le rayon limite (8) parallèle à l'axe de la lunette (1), on vérifie en pointant, dans la lunette (1) la limite de séparation entre la zone claire et la zone obscure (figure 4.5). Le miroir entraîne dans sa rotation un secteur gravé dont on lit, à l'oculaire (2), l'échelle graduée en indice (figure 4.6).

Comme il a été mentionné, l'indice de réfraction dépend beaucoup de la concentration; il augmente proportionnellement avec l'augmentation de la concentration des bains de trempe en polymère. Le but de cette partie d'étude est d'établir les courbes d'étalonnage, en mesurant l'indice de réfraction des différentes solutions de trempe utilisées (l'eau, les huiles et les solutions des différents polymères aux concentrations de 5, 10, 15, 20 et 25 %) à la température ambiante.

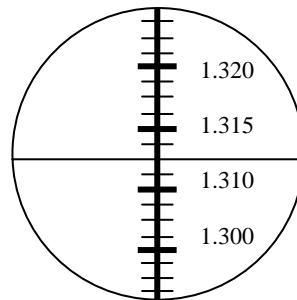


- 1 – Lunette, 2 – Oculaire, 3 – Réticule, 4 – Secteur gradué entraîné par le miroir  
5 – Objectif, 6 – Prisme compensateur, 7 – Miroir ou prisme à réflexion totale  
8 – Rayon limite, 9 – prisme auxiliaire, 10 – Prisme de référence, 11 – Fenêtre antérieure

**Figure 4.4 : Réfractomètre Universel ABBE**



**Figure 4.5 :** Limite entre la zone éclairée et la zone sombre, amenée à la croisée du réticule



**Figure 4.6 :** Echelle graduée pour la lecture de l'indice de réfraction

#### IV - 10 - LES ESSAIS MECANIQUES :

##### IV – 10 - 1 – L’ESSAI DE TRACTION :

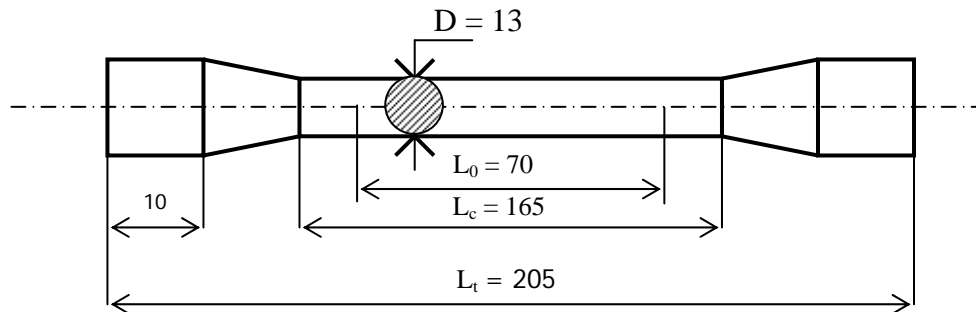
L'essai de traction constitue l'essai mécanique de base puisqu'il permet de déterminer les caractéristiques mécaniques retenues pour la définition d'une nuance d'acier. Cet essai s'est imposé du fait qu'il permet d'obtenir des valeurs quantifiées pouvant être prises comme référence dans différents calculs utilisés dans la construction mécanique.

##### Principe de l'essai de traction :

L'essai de traction consiste à soumettre une éprouvette de forme définie, à un effort de traction, appliqué de façon continue jusqu'à rupture de l'éprouvette et à enregistrer la déformation de l'éprouvette en fonction de la force appliquée, le diagramme obtenu constituant la courbe de traction (figure 4.7).

L'essai est effectué à la température ambiante ou à une température supérieure mais généralement inférieure à 1000°C.

Le type de l'éprouvette dépend de la forme et des dimensions du produit dont on veut déterminer les caractéristiques mécaniques.



**Figure 4.7 :** Schéma de l'éprouvette de traction selon la norme  
AFNOR : A 03 - 151

#### IV - 10 - 2 - L'ESSAI DE DURETE :

L'essai de dureté est la propriété d'un corps de s'opposer à la pénétration par un autre corps plus dur. C'est un essai qui se fait par contact de la couche superficielle.

L'essai de dureté utilisé dans notre travail est celui de la méthode de Brinell, qui consiste à imprimer dans la pièce à essayer, sous une charge constante  $F$ , une bille en acier trempé et à mesurer après enlèvement de la charge, l'empreinte laissée à la surface du métal. La dureté Brinell, notée  $HB$  est le rapport entre l'effort appliqué  $P$  à la bille de diamètre  $D$  et la surface  $S$  de l'empreinte obtenue :

$$HB = \frac{F}{S} = \frac{2F}{\pi D \times \sqrt{D^2 - d^2}}$$

## V - 1 - DISCUSSION DES RESULTATS OBTENUS APRES ELABORATION ET CARACTEEISATION DES DIFFERENTS ALLIAGES :

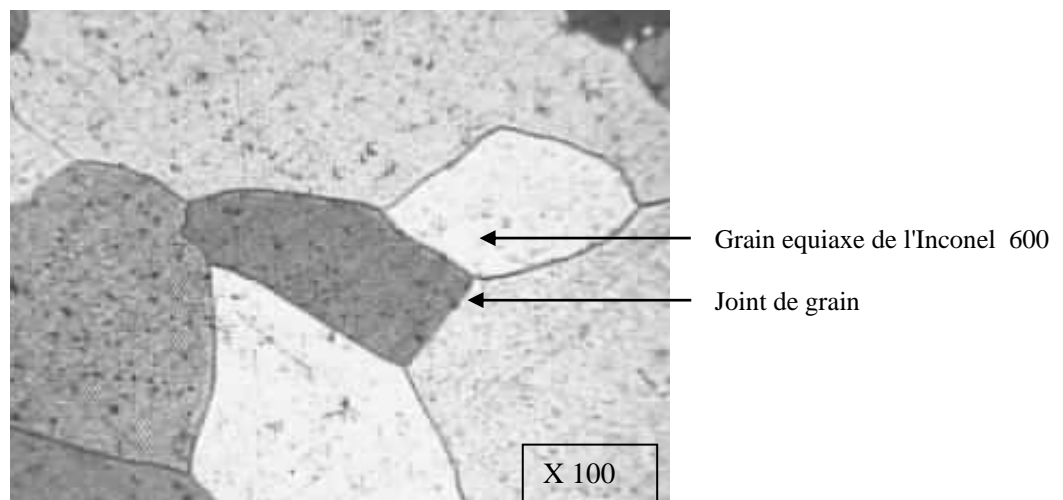
### 1 - Résultats obtenus après élaboration de l'Inconel 600 :

Après élaboration de l'Inconel 600 dans un four à induction sous vide au niveau du Centre de Développement des Matériaux 'CDM' de Draria, l'analyse chimique par spectrométrie de fluorescence des rayons X a donné les résultats du tableau V.1 suivants :

Elément en % massique	Cr	Fe	Ni
Tolérances ASTM A494	14 ± 3	6 ± 1	Reste
Théoriquement visé	14	6	80
Obtenu	11.8 ± 0.2	5.9 ± 0.1	81.8 ± 0.5

**Tableau V.1 :** Composition chimique de l'Inconel 600 après élaboration

A l'aide du microscope métallographique, nous avons observé la structure brute de coulée (figure 5.1) montrant des grains equiaxes :



**Figure 5.1 :** Structure brute de coulée de l'Inconel 600

Il est à noter que l'Inconel 600 est un alliage sans traitement thermique. Afin de vérifier la bonne tenue à l'oxydation, ainsi que l'évolution de la microstructure de notre alliage (barreau de l'Inconel 600), obtenu après élaboration et caractérisation, nous avons soumis notre alliage à un cycle de traitement thermique se résumant en un chauffage à la température de 900°C pendant un temps de maintien de 94 heures. Après ce traitement, l'alliage est refroidi dans le four.

Après le traitement thermique, nous avons constaté que :

- L'état de surface de notre alliage est resté intacte;
- De même, la taille du grain n'a pas changé (pas de grossissement de grain).

Le barreau en Inconel 600 obtenu après élaboration présentait des surépaisseurs, et afin d'être en concordance avec les dimensions prévues par la norme internationale ISO, nous avons procédé dans un premier temps, à l'usinage de notre barreau sur un tour mécanique puis sur une rectifieuse, afin d'optimiser au maximum les dimensions de notre échantillon et d'avoir le meilleur état de surface possible de notre éprouvette test.

## 2 - Résultats obtenus après élaboration de l'A-S10G :

L'élaboration de l'A-S10G a été réalisée par moulage en sable à vert au niveau de la fonderie Rouiba. L'analyse chimique par voie humide de A-S10G a donné (en % massique) la composition suivante :

Eléments	% Si	% Mg	% Mn	% Fe	% Cu
Théoriquement visé	9.5	0.25	0.35	-	-
Limite	9.0 – 10.5	0.17 - 0.35	0.25 – 0.50	≤ 0.65	≤ 0.10
Obtenu	10.02	0.22	0.26	0.38	0.05

**Tableau V.2 :** Composition chimique de l'A-S10G après élaboration.

Les résultats des différents éléments obtenus confirme que l'alliage d'aluminium (A-S10G) obtenu est bien dans la fourchette de tolérance.

## 3 – Analyse chimique des différentes nuances d'aciers utilisées pour la trempe :

Les résultats de l'analyse spectrale des nuances d'aciers utilisées pour la trempe dans les différentes solutions a donné :

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
Norme AFNOR	0.35 – 0.40	0.10 – 0.40	0.50 – 0.80	≤ 0.035	≤ 0.020	-	-
XC38 obtenu	0.312	0.258	0.652	0.0149	0.0192	0.125	0.101
Norme AFNOR	0.14 – 0.22	≤ 0.25	0.50 – 0.80	≤ 0.035	≤ 0.020	-	-
XC18 obtenu	0.141	0.183	0.755	0.0150	0.0267	0.0671	0.0677
Norme AFNOR	0.12 – 0.17	0.10 – 0.40	0.60 – 0.90	≤ 0.035	≤ 0.025	0.90 – 1.20	1.20 – 1.50
16NC6 obtenu	0.138	0.229	0.772	..00795	0.0240	1..07	1.20

**Tableau V.3 :** Composition chimique des différentes nuances d'aciers utilisées pour la trempe

Selon l'extrait de classification d'aciers de la norme AFNOR – NF A35, Les résultats des différentes nuances d'aciers obtenus sont conformes aux fourchettes de tolérances admises.

**Remarque :** Pour les différentes nuances d'aciers et pour l'alliage en aluminium, nous avons usiné sur un tour mécanique, des échantillons cylindriques de dimensions identiques de diamètre  $\varnothing = 2$  cm et de hauteur  $h = 1$  cm destinés à la trempe. Les échantillons destinés aux essais de traction ont été réalisés avec la nuance XC38.

## V – 2 - DISCUSSION DES RESULTATS OBTENUS AVEC LES DIFFERENTES SOLUTIONS DE TREMPE :

### V – 2 – 1 - L'indice de réfraction des différentes solutions de trempe :

Le but de la mesure réfractométrique est d'établir des courbes d'étalonnage, en mesurant l'indice de réfraction des différentes solutions de trempe (eau, huiles et solutions à base de polymère à différentes concentrations). L'utilisation de la mesure réfractométrique se base sur deux points essentiels :

- La réfraction est très sensible à la présence des différentes impuretés en suspension dans les solutions de trempe, toute dégradation de nos solutions de trempe peut être détectée par la simple variation de mesure de l'indice de réfraction.
- La mesure de l'indice de réfraction est la méthode la plus simple et la plus rapide pour tout suivi des solutions de trempe à l'échelle industrielle, pour cela, l'établissement des courbes d'étalonnages indiquera toute déviation de la concentration des bains de trempe au cours des cycles de trempe.

Le tableau V.4 représente les valeurs respectives de l'indice de réfraction de l'eau industrielle, des huiles "la TORADA S22.1" et "la Shell 8230" à la température ambiante (25°C).

Solution de trempe	Indice de réfraction
EAU	1.3325
TORADA S22.1	1.4695
Shell 8230	1.4880

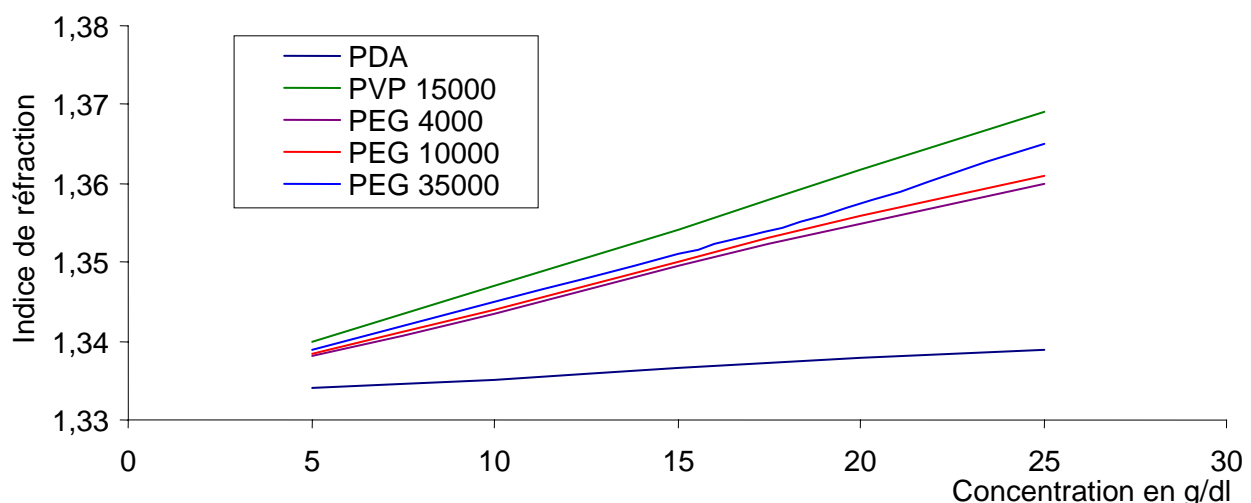
**Tableau V.4 :** Valeurs de l'indice de réfraction pour différentes solutions de trempe.

D'après ces résultats, on remarque que l'eau a une valeur d'indice de réfraction la plus faible, tandis que la Shell 8230 a la valeur la plus élevée.

L'étude réfractométrique nous a aussi permis de tracer différentes courbes d'étalonnages qui illustrent l'évolution de l'indice de réfraction en fonction de la concentration dans le cas des solutions de trempe à base de polymère. Ces courbes suivent, pour toutes les solutions de trempe étudiées des droites d'équation  $y = ax + b$ .

La figure V.2 représente la variation de l'indice de réfraction en fonction de la concentration des différentes solutions de trempe à base de polymère à la température ambiante (25°C).

D'après ces résultats, on remarque que les solutions à base de PEG ont des valeurs d'indice de réfraction intermédiaires entre la solution à base de PDA qui, par rapport à toutes les autres solutions de trempe à base de polymère, a les plus faibles valeurs d'indice de réfraction, tandis que la solution de trempe à base de PVP 15000 a les valeurs d'indice de réfraction les plus grandes. Cependant, dans la même famille des PEG, on remarque que l'indice de réfraction suit une loi proportionnelle avec la masse moléculaire du polymère (plus la masse moléculaire augmente et plus l'indice de réfraction augmente).



**Figure 5.2 :** Variation de l'Indice de réfraction des différentes solutions de trempe à la température ambiante

**V- 2 – 2 – Viscosité des différentes solutions de trempe utilisées :**

La détermination expérimentale de la viscosité constitue la technique la plus répandue et la plus fiable pour la caractérisation des solutions de trempe. L'emploi de cette méthode est dû essentiellement au fait qu'elle ne nécessite pas un appareillage complexe ni onéreux. Les données expérimentales sont plus fiables que ceux obtenues avec un réfractomètre.

Les mesures viscosimétriques ont été effectuées aux températures de 25 °C et de 40 °C, dans un bain dont la température est maintenue constante. Ce qui nous importe, ce n'est pas seulement de connaître avec exactitude la température des mesures, mais c'est aussi de faire toutes les mesures viscosimétriques à la même température. Il est à noter que l'intervalle de température choisie (25°C et 40 °C) correspond approximativement à celui de la variation de la température dans les différentes solutions de trempe utilisées (cas de la trempe sans agitation); cependant, dans le cas de la trempe avec agitation, la variation de la température des différentes solutions de trempe est de l'ordre de 3 à 4 °C.

**Remarques :**

- Avant chaque mesure viscosimétrique, nous attendons quelques minutes, temps nécessaire à l'obtention de l'équilibre thermique de notre solution de trempe;
- A la fin de chaque opération de mesure, le viscosimètre est rincé avec de l'eau distillée plusieurs fois afin d'être prêt pour une nouvelle utilisation.

Le tableau V.5 représente respectivement les valeurs viscosimétriques de l'eau et des huiles la TORADA S22.1 et la Shell 8230. On remarque que l'eau a les plus faibles valeurs de viscosité par rapport à celles des deux autres solutions de trempe, tandis que les valeurs associées à l'huile Shell 8230 sont très grandes par rapport à toutes les solutions de trempe utilisées (les valeurs des solutions de trempe à base de polymère seront illustrées ultérieurement).

Solution de trempe	Viscosité (Cst)	
	T = 25 °C	T = 40 °C
EAU	0,9	0,73
TORADA S22,1	44,56	24,08
L'huile 8230	346,19	134,98

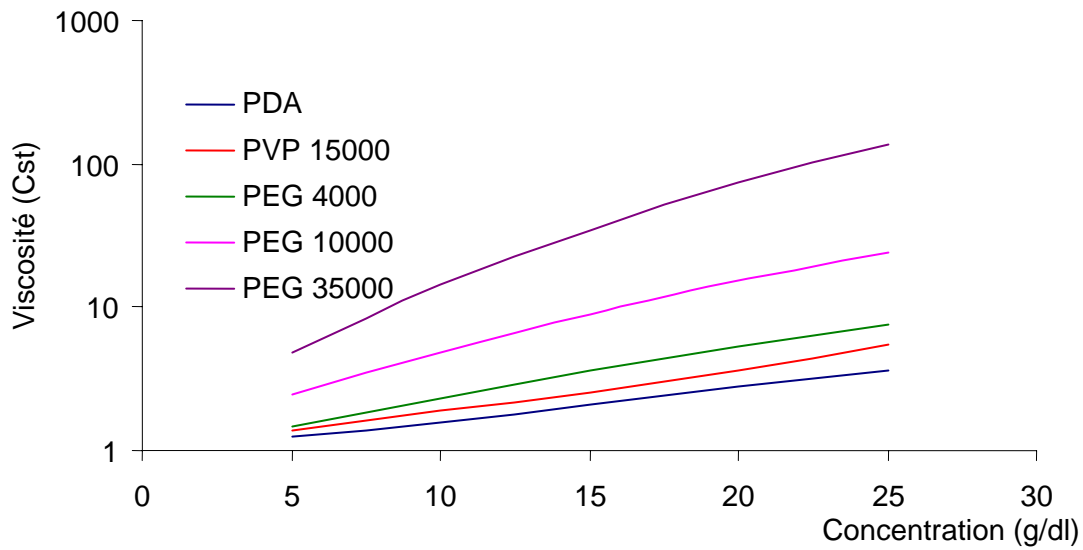
**Tableau V. 5 :** *Variation de la viscosité en fonction de la température pour différentes solutions de trempe.*

Les figures 5.3 et 5.4 représentent la variation de la viscosité en fonction de la température (25°C et 40°C) et de la concentration pour les différentes solutions de trempe à base de polymère. On remarque que :

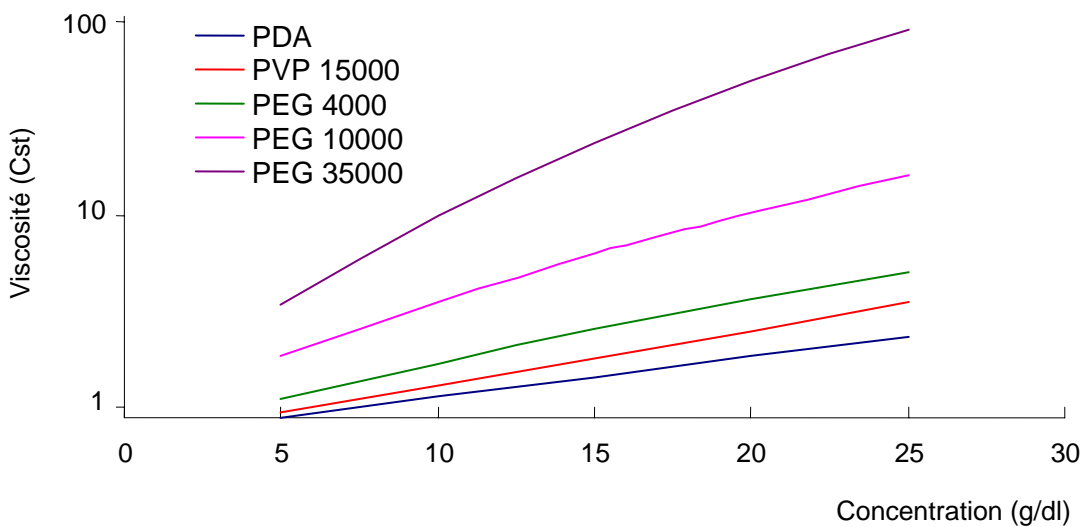
- Plus la concentration en polymère dans la solution augmente et plus la viscosité augmente, cette variation a la forme d'une équation de second degré de type :  $aX^2 + bX + c$ ;
- Plus la température de la solution augmente et plus la viscosité diminue;
- Plus la masse moléculaire du polymère augmente et plus la viscosité augmente, ce qui est en accord avec la relation qui lie la masse moléculaire du polymère à la viscosité;
- Les valeurs viscosimétriques de la solution de trempe à base de PEG en fonction de la concentration et aux différentes températures de mesure sont supérieures à celles de toutes les solutions à base de polymère utilisées. Notons que les valeurs de la viscosité sont liés à la masse moléculaire par la relation  $\eta = C^{ste} \times M$ .

Il est à noter que la viscosité des solutions de trempe est l'un des paramètres les plus importants qui régissent les différents mécanismes de trempe.

- Pour les solutions de trempe à faible viscosité telle que l'eau, le film de vapeur formé au cours de la phase de caléfaction se déplace le long de notre éprouvette, formant des bulles qui se détachent et gagnent la surface du bain de trempe;
- Pour les huiles de trempe, la Shell 8230 possède des valeurs viscosimétriques les plus élevées par rapport à toutes les autres solutions de trempe, y compris les solutions à base de polymère, ce qui lui donne une plus grande stabilité du film de vapeur qui entoure l'éprouvette pendant la phase de caléfaction, conduisant ainsi, au décalage des températures  $\theta_1$  et  $\theta_2$  (mentionnées dans le chapitre I) vers les valeurs les plus basses, entraînant une faible dureté des pièces traitées;
- Concernant les solution de trempe à base de polymère, les valeurs viscosimétriques sont généralement intermédiaires entre celles de l'eau et des huiles de trempe; seulement, en jouant sur les concentrations en polymère de ces solutions, on peut élargir le domaine des valeurs viscosimétriques jusqu'à s'approcher des valeurs de l'eau ou des huiles.



**Figure 5.3 :** Variation de la viscosité des différentes solutions de tremp à la température de 25°C



**Figure 5.4 :** Variation de la viscosité des différentes solutions de tremp à la température de 40°C

**Remarque :** Afin de représenter la viscosité des différentes solutions de tremp sur un même graphe, l'échelle logarithmique des ordonnées a été adoptée.

### V – 2 – 3 – Courbes et vitesses de refroidissement des différentes solutions de trempe utilisées :

#### 1 – L'eau :

La figure 5.5 représente les courbes de refroidissement de l'eau avec et sans agitation. On remarque un net changement des différentes phases de refroidissement sous l'influence de l'agitation, se traduisant par une augmentation de la durée d'apparition des phases d'ébullition et de convection au dépens de la phase de caléfaction. La figure 5.6 confirme ces observations par l'élimination quasi totale de la phase de caléfaction sous l'effet de l'agitation, se traduisant par une plus grande vitesse de refroidissement de l'eau.

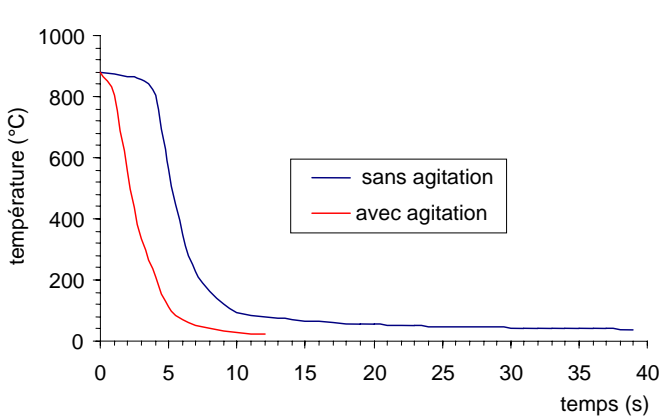


Figure 5.5 : Courbes de refroidissement dans l'eau

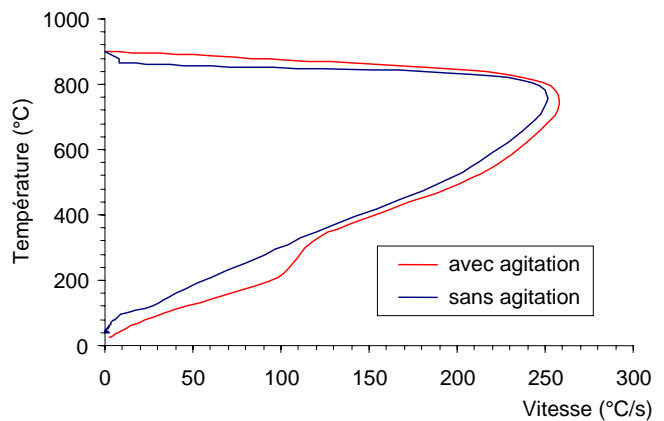


Figure 5.6 : vitesses de refroidissement dans l'eau

#### 2 – Les solutions de trempe à base de polymère :

##### 2- 1 – Les solutions à base de polydur A "PDA" :

Les figures 5.7, 5.8 et 5.9, 5.10 représentent respectivement les courbes et vitesses de refroidissement des solutions de trempe à base de polydur A à différentes concentrations, sans et avec agitation. A partir de ces courbes, nous avons fait les constats suivants :

- Plus la concentration du polymère en solution augmente et plus le temps de refroidissement est plus lent conduisant ainsi, à une vitesse de refroidissement plus faible.
- L'agitation du liquide de trempe diminue le temps de refroidissement et augmente considérablement la vitesse de refroidissement.

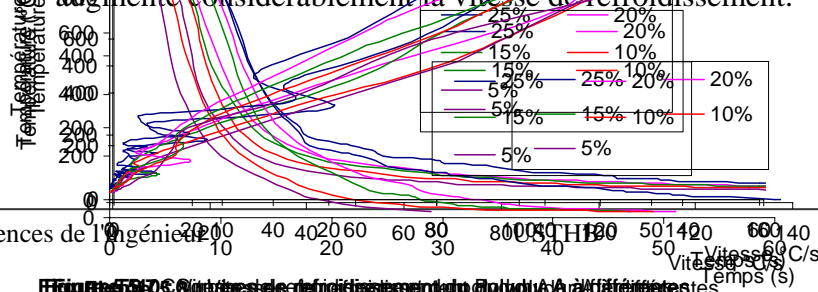


Figure 5.7 : Courbes de refroidissement des solutions de polydur A à différentes concentrations / avec agitation

## 2- 2 – Les solutions à base de polyvinyl-pyrrolidone "PVP 15000" :

Les figures 5.11 et 5.12 représentent les courbes de refroidissement des solutions de trempe à base de PVP 15000 sans et avec agitation. On remarque qu'il n'y a pas d'écart notable entre ces deux courbes, concernant la durée de refroidissement, ceci est dû au mécanisme de trempe particulier de ce type de solution, qui consiste à une non démixtion du polymère à haute température, engendrant une plus longue durée de dépôt du polymère sur les pièces traitées.

Les figures 5.13 et 5.14 représentent respectivement les vitesses de refroidissement sans et avec agitation des solutions de tempe à base de PVP 15000. On constate que les solutions à base de PVP 15000 présentent de faibles vitesses de refroidissement par rapport aux autres solutions de trempe à base de polymère ; néanmoins, nous avons enregistré l'effet de l'agitation sur ce type de solution qui consiste à une augmentation de plus en plus grande de la vitesse maximale de refroidissement que la solution de trempe contienne de moins en moins de polymère.

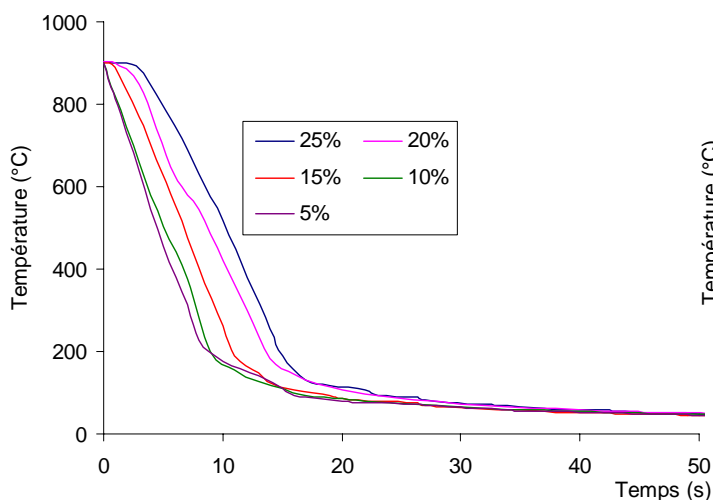


Figure 5.11 : Courbes de refroidissement du PVP 15000 à différentes concentrations / sans agitation

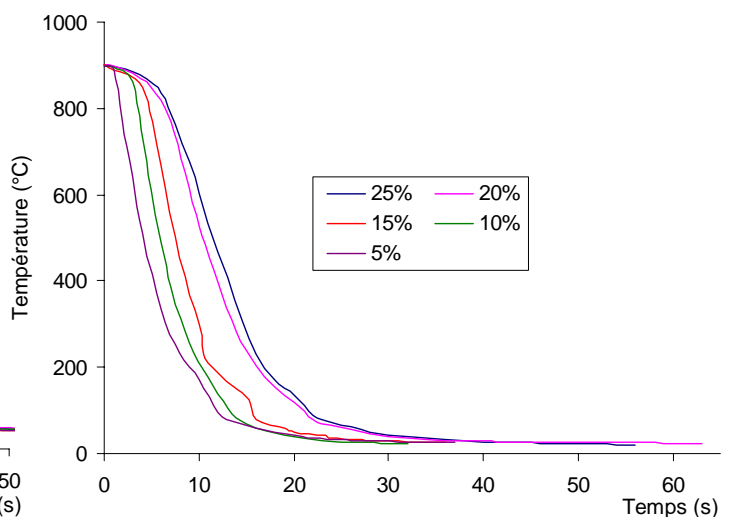
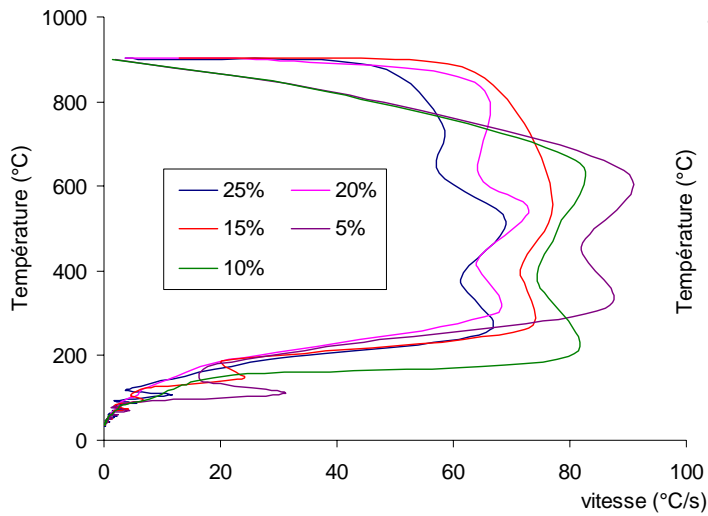
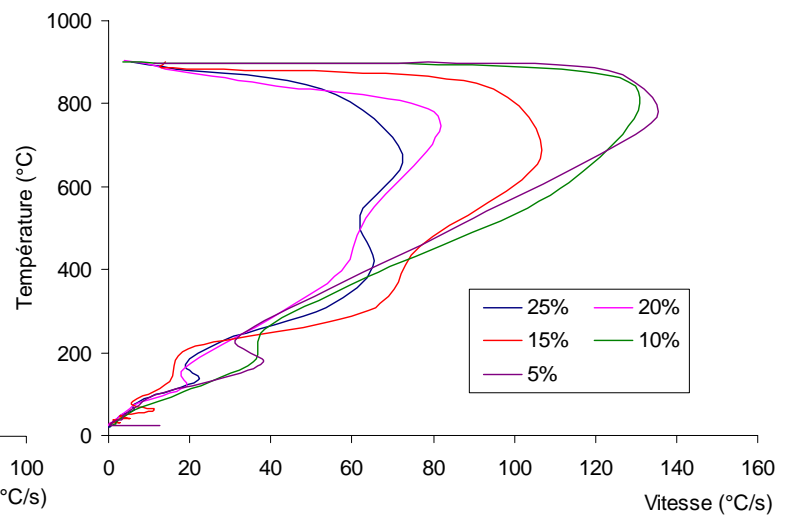


Figure 9.12: Courbes de refroidissement du PVP15000 à différentes concentrations / avec agitation



**Figure 5.13** : Vitesses de refroidissement du PVP 15000 à différentes concentrations / sans agitation



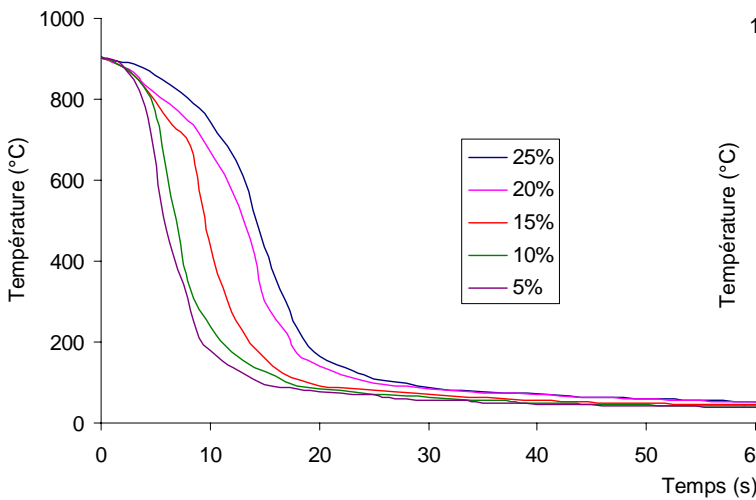
**Figure 9.14** : Vitesses de refroidissement du PVP15000 à différentes concentrations / avec agitation

### 2 - 3 – Les solutions à base de polyéthylène-glycol "PEG" :

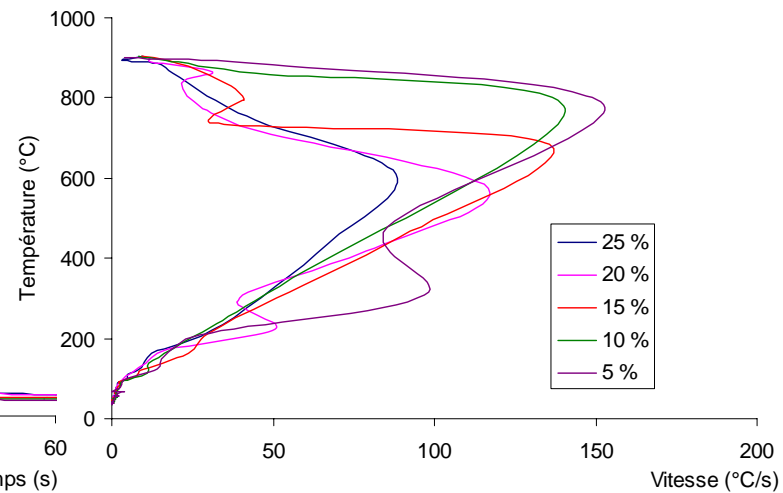
Les figures (5.15, 5.16, 5.17 et 5.18), (5.19, 5.20, 5.21 et 5.22) et (5.23, 5.24, 5.25 et 5.26) regroupent les courbes et vitesses de refroidissement des différentes solutions de trempe à base de polyéthylène-glycol de différentes masses moléculaires (PEG4000, 10000 et 35000), à différentes concentrations sans et avec agitation. On remarque que :

- Plus la masse moléculaire du polymère augmente et plus faible sera la cinétique de refroidissement ;
- La concentration a une grande influence sur l'allure des courbes de refroidissement et vitesses de refroidissement dans une même famille de polymère; plus la concentration en polymère est grande, plus le refroidissement des pièces traitées est lent, ce qui donne un large domaine d'application des polymères dans la trempe ;
- Sous l'effet de l'agitation, les courbes de refroidissement et vitesses de refroidissement changent d'allure; cet effet se traduit par une modification de la courbe de drasticité, en augmentant la vitesse de refroidissement à haute température (réduction du temps de la phase de caléfaction et de convection) et par conséquent, une amélioration et une homogénéité des caractéristiques mécaniques dans toute la pièce traitée.
- Sous l'effet de l'agitation, nous avons remarqué une augmentation de plus en plus grande de la vitesse de refroidissement que la masse moléculaire du polymère est de plus en plus faible, entraînant une diminution du temps de refroidissement.

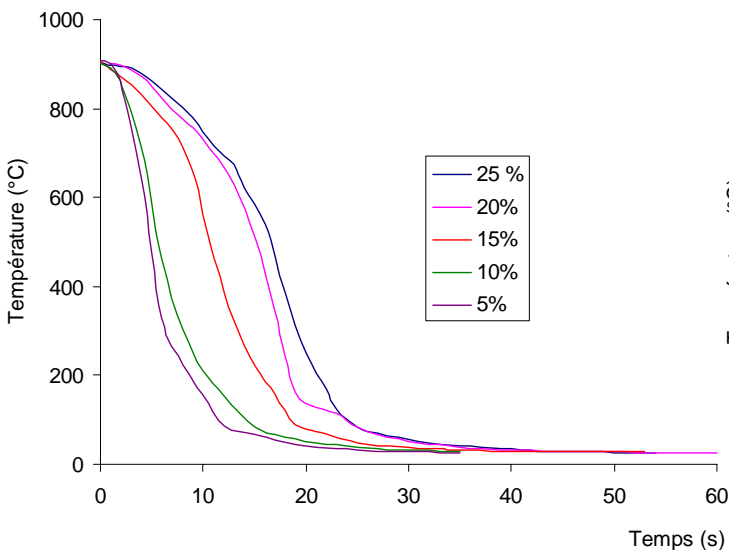
- Les résultats obtenus avec la solution à base de PEG 35000 a montré que pour les polymères de grande masse moléculaire, l'agitation n'a pas d'effet important sur les courbes de refroidissement, on pense que la masse moléculaire du polymère qui a une relation directe avec la viscosité de la solution préparée, favorise la stabilité de la phase de caléfaction empêchant ainsi, le transfert de la chaleur entre l'éprouvette et le liquide de trempe.



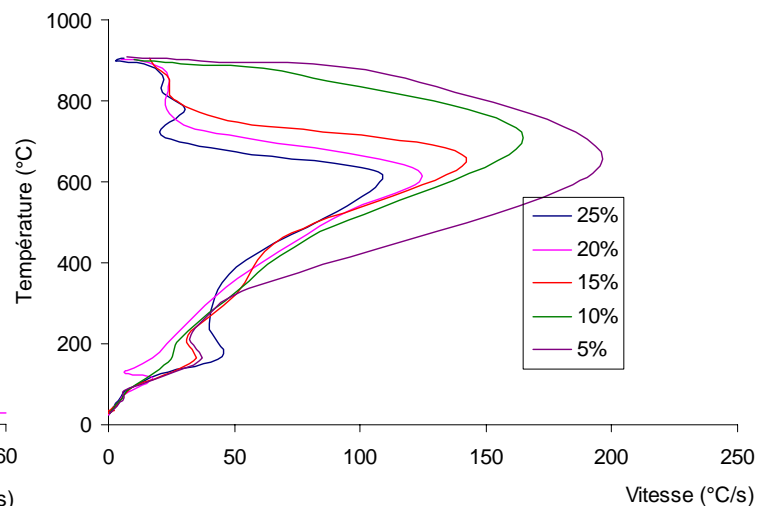
**Figure 5.15 :** Courbes de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 4000 à différentes concentrations sans agitation



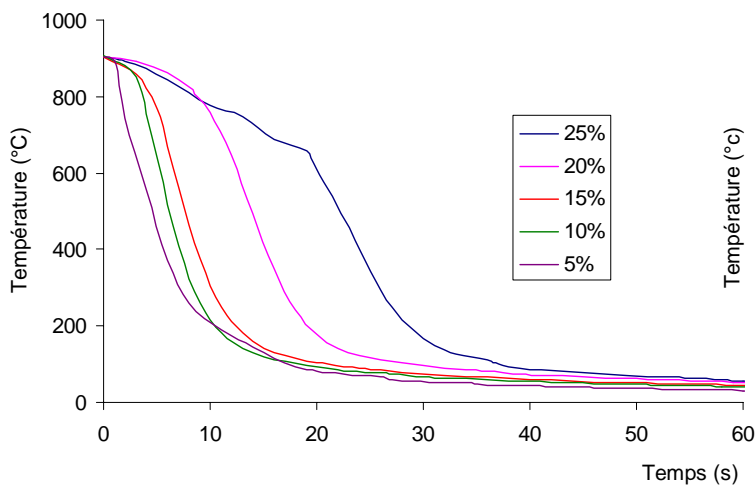
**Figure 5.16 :** Vitesses de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 4000 à différentes concentrations sans agitation



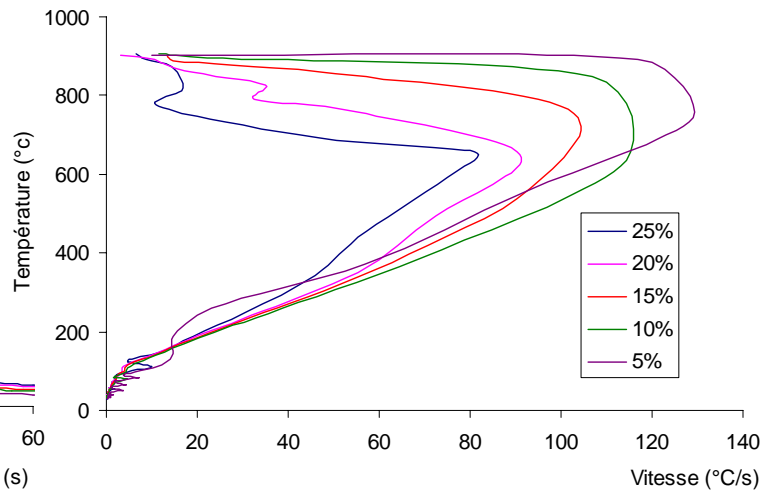
**Figure 5.17 :** Courbes de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 4000 à différentes concentrations avec agitation



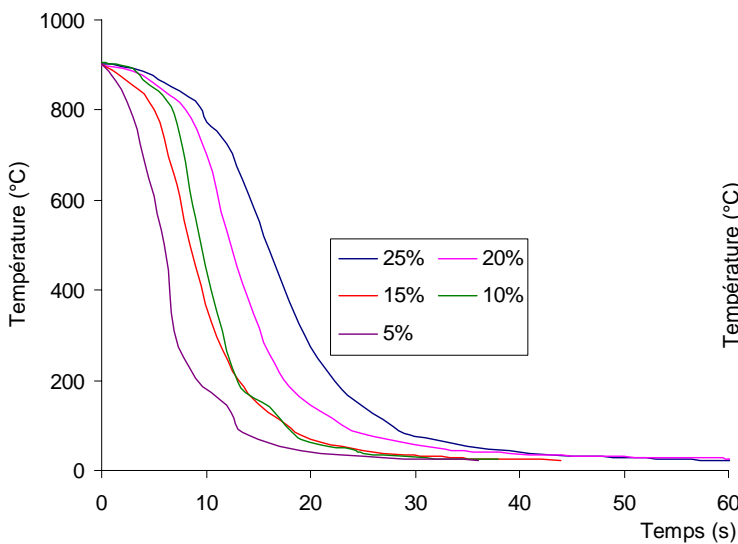
**Figure 5.18 :** Vitesses de refroidissement dans une solution de trempe à base de PEG 4000 à différentes concentrations avec agitation



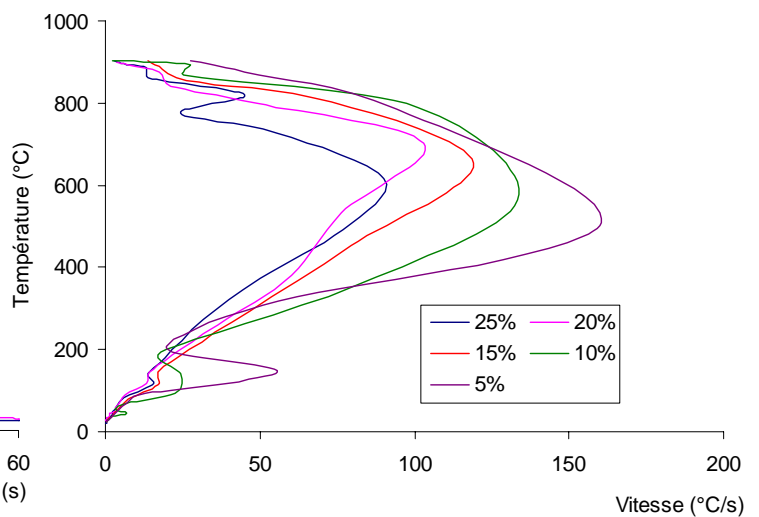
**Figure 5.19 :** Courbes de refroidissement d'une solution de tremp à base de PGE 10000 à différentes concentrations sans agitation



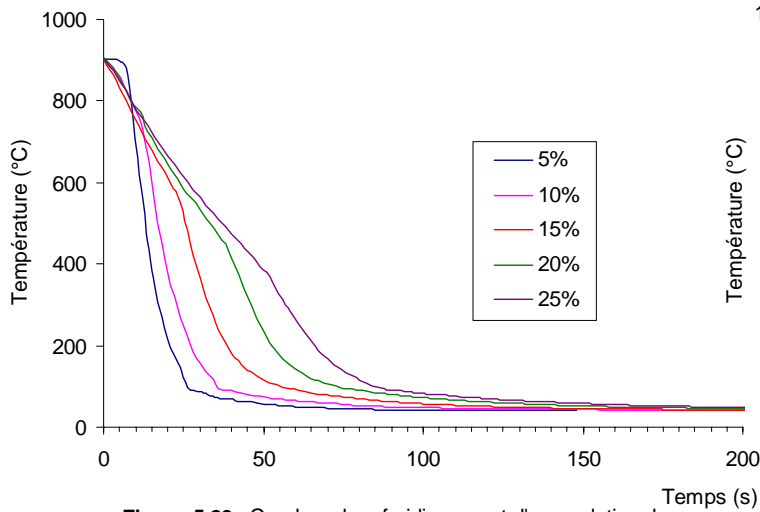
**Figure 5.20 :** Vitesses de refroidissement d'une solution de tremp à base de PEG 10000 à différentes concentrations sans agitation



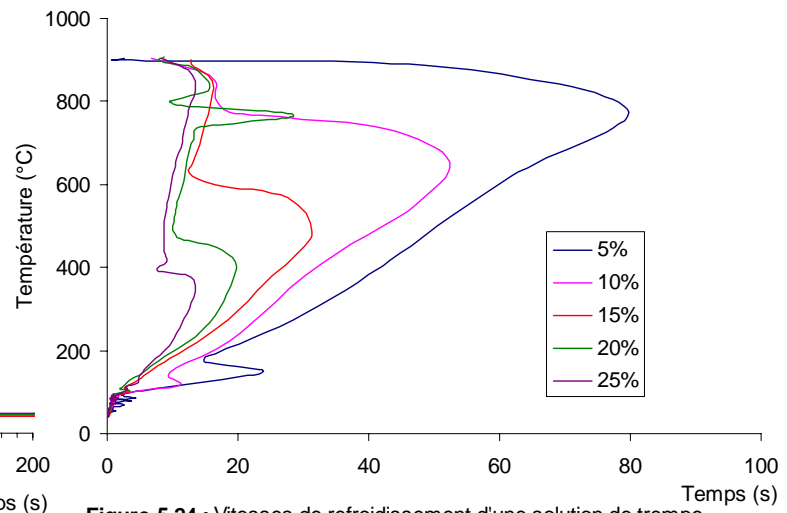
**Figure 5.21 :** Courbes de refroidissement d'une solution de tremp à base de PEG 10000 à différentes concentrations avec agitation



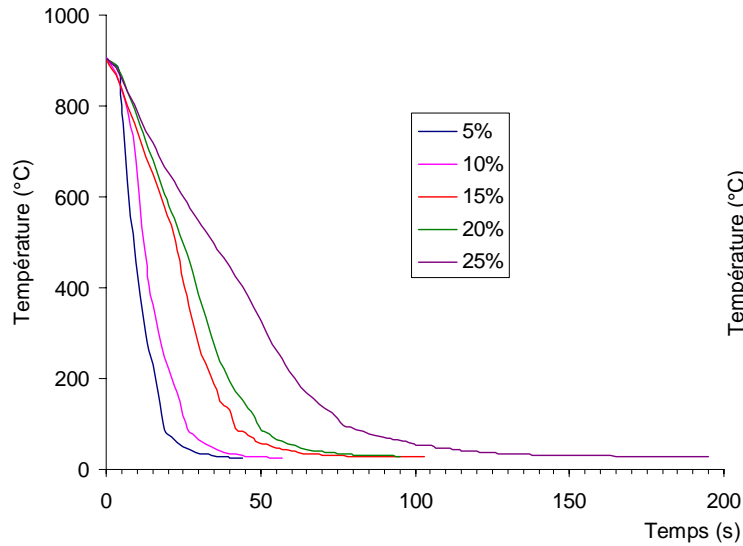
**Figure 5.22 :** Vitesses de refroidissement d'une solution de tremp à base de PEG 10000 à différentes concentrations avec agitation



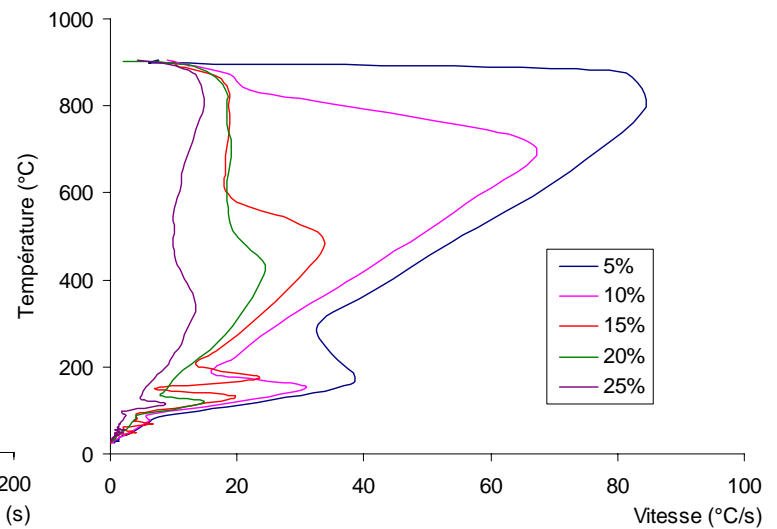
**Figure 5.23 :** Courbes de refroidissement d'une solution de trempe à base de PEG 35000 à différentes concentrations sans agitation



**Figure 5.24 :** Vitesses de refroidissement d'une solution de trempe à base de PEG 35000 à différentes concentrations sans agitation



**Figure 5.25:** Courbes de refroidissement d'une solution de trempe à base de PEG 35000 à différentes concentrations avec agitation



**Figure 5.26 :** Vitesses de refroidissement d'une solution de trempe à base de PEG 35000 à différentes concentrations avec agitation

### 3 – Les huiles :

Les figures 5.27, 5.28 et 5.29, 5.30 représentent respectivement les courbes et vitesses de refroidissement des deux huiles de trempe utilisées dans nos essais, sans et avec agitation. A partir de ces courbes, nous pouvons faire les constats suivants :

A - Dans le cas de la TORADA S22.1, on observe sur les deux courbes de refroidissement (sans et avec agitation) :

- Les trois phases de refroidissement (caléfaction, ébullition et convection);
- L'agitation de l'huile de trempe diminue le temps de refroidissement et augmente considérablement la vitesse de refroidissement. En plus, l'agitation a décalé les températures respectives du début et fin de la phase d'ébullition vers des températures plus élevées, favorisant ainsi des refroidissements plus rapides.

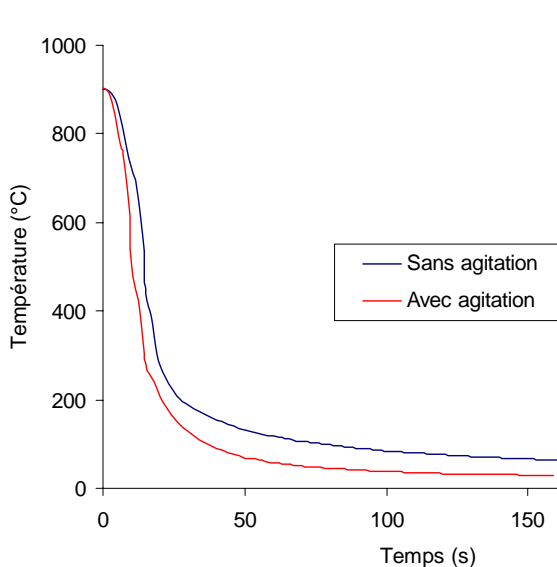


Figure 5.27 : Courbes de refroidissement dans l'huile de trempe la TORADA S22.1

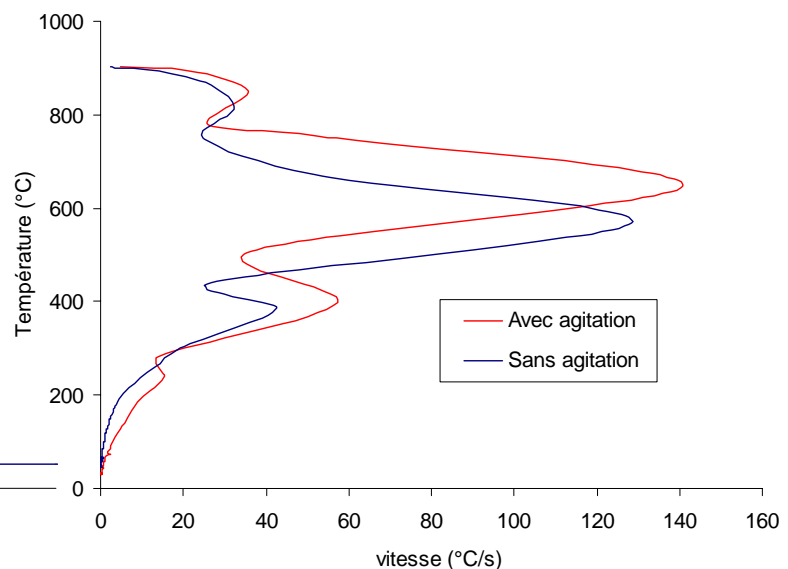


Figure 5.28 : vitesses de refroidissement dans l'huile de trempe la TORADA S22.1

B - Dans le cas de la Shell 8230, les deux courbes de refroidissement enregistrées (sans et avec agitation) mettent en évidence les points suivants :

- Le temps de refroidissement de cette solution de trempe est plus lent comparativement avec la TORADA ;
- Dans le cas du refroidissement sans agitation, nous avons remarqué que la phase de caléfaction apparaissait en deux temps successifs ; nous pouvons attribuer ceci à la très grande viscosité de cette huile. Il est à noter que, dans le cas du refroidissement avec agitation, la bonne circulation de l'huile

de trempe autour de l'éprouvette test a permis l'élimination de ce phénomène (double apparition de la phase de caléfaction).

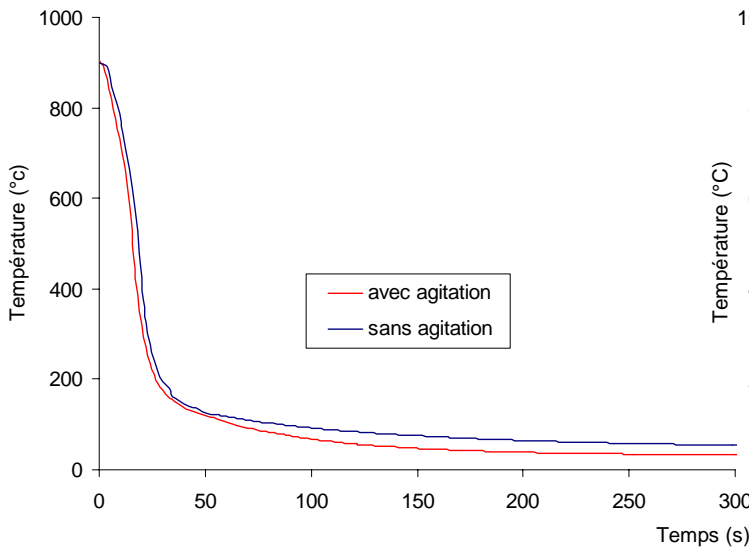


Figure 5. 29 : Courbes de refroidissement dans l'huile de trempes la Shell 8230

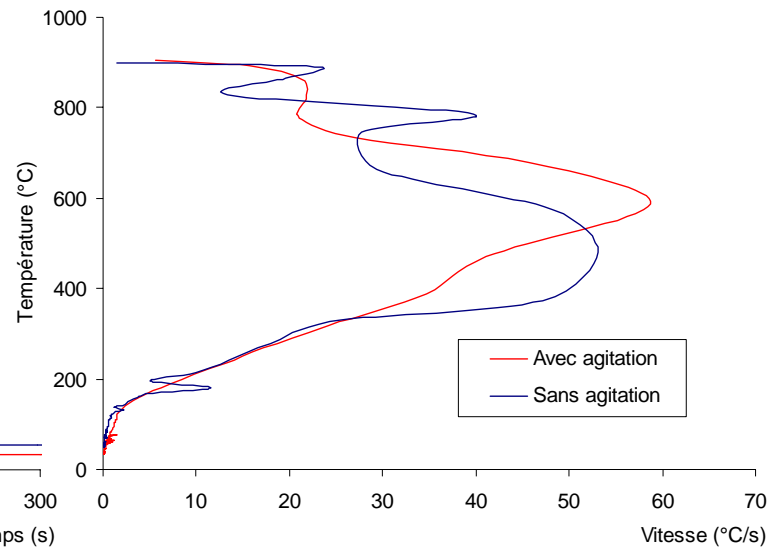


Figure 5. 30 : Vitesses de refroidissement dans l'huile de trempes la Shell 8230

#### V – 2 – 4 - Domaines de dureté des différentes solutions de trempe utilisées :

Le Tableau 5.6 représente les duretés des nuances l'XC18, XC38, 16NC6 et A-S10G, trempées dans les différentes solutions. On remarque que :

- Plus le pourcentage du carbone et des éléments alliés augmente, plus la dureté augmente;
- L'agitation des bains de trempe augmente les duretés des différentes nuances, à différentes proportions, selon la spécificité de chaque solution de trempe ;
- Les PEG et le Polydur A se comportent de la même manière à haute température : le polymère dissout dans la solution de trempe, se sépare à haute température de l'eau pour se déposer sur l'éprouvette test favorisant ainsi, la rupture prématurée de la phase de caléfaction, lorsque liquide de trempe se refroidi, le polymère se redissout une deuxième fois dans l'eau, favorisant ainsi, de faibles vitesses de refroidissement à basse température;

- La dureté des pièces traitées diminue avec l'augmentation de la concentration pour chaque solution d'une même famille de polymère de trempe ;
- Pour toutes les solutions de trempe à base de polymère, les polyéthylènes glycol 4000 donnent les meilleurs résultats de dureté, ensuite viennent se classer par ordre : les PEG 10000, les polyvinyles-pyrrolidone 15000, les polydur A et enfin les PEG 35000 ;
- Les liquides de trempe à base de PVP 15000 sans agitation ont donné les meilleurs résultats de dureté pour l'acier XC18; nous pouvons attribuer ceci au mécanisme de trempe particulier des PVP et à la faible trempabilité de l'acier XC18;
- Nous avons constaté qu'il n'y avait pas une grande différence dans les valeurs de dureté pour les différentes concentrations prises des solutions de trempe à base de PVP 15000 et ce, pour toutes les nuances d'aciers utilisées par rapport à tous les autres solutions à base de polymère. Nous pensons que ce résultat est dû au mécanisme particulier de trempe des PVP 15000 qui n'entraîne pas une grande différence entre les lois de refroidissement au cours de la trempe (avec ou sans agitation);
- La TORADA S22.1 a donné les meilleurs résultats de dureté par rapport à la Shell 8230 qui est une huile de faible pouvoir refroidissant;
- La solution de trempe à base de PEG 35000 a donné des résultats de dureté relativement égaux à ceux obtenus avec l'huile de trempe la Shell 8230; tandis que la solution de trempe à base de PEG 4000 a donné des résultats de dureté relativement égaux à ceux obtenus avec l'eau; à partir de ces deux constats, on peut dire que les solutions de trempe à base de polymère ne se présentent pas seulement comme étant des solutions de trempe intermédiaires entre les huiles de trempe et l'eau, mais se présentent comme étant des solutions de trempe à plus grande plage dans la classification des solutions de trempe; seulement, le choix de la famille de polymère à utiliser, sa concentration, l'agitation et la température du bain à adopter, sont des paramètres qui doivent être judicieusement choisis afin d'obtenir les meilleurs résultats.

Solution de trempe	Concentration	XC18		XC38		16 NC 6		A-S10G	
		S - A	A - A	S - A	A - A	S - A	A - A	S - A	A - A
Eau	--	202	375	255	393	417	534	68,2	75,5
TORADA S22,1	--	174	184	220	255	315	373	68,8	74,7
Shell 8230	--	172	180	209	241	309	323	67,5	77,1
PDA	25%	167	173	211	246	345	373	--	--
	5%	189	229	350	375	368	438	--	--
PVP 15000	25%	179	209	263	321	359	404	--	--
	5%	195	288	354	378	380	451	--	--
PEG 4000	25%	172	198	263	321	385	471	80,4	86,8
	5%	201	295	365	393	445	522	69,5	81,3
PEG 10000	25%	170	187	215	280	371	415	--	--
	5%	191	252	359	388	398	464	--	--
PEG 35000	25%	157	161	202	207	292	302	65,5	70,2
	5%	180	195	231	275	350	388	68,2	72,4

**Remarque :** A - A : Avec Agitation; S - A : Sans Agitation

**Tableau 5.6 :** résultats de dureté des différentes nuances utilisées après traitements de trempe  
(dans les différentes solutions) et revenu

### V - 2 - 5 - Courbes et vitesses de refroidissement obtenues par calcul numérique:

La méthode de calcul que nous avons adopté, permet le calcul de la distribution de la température dans une pièce cylindrique, au cours de son refroidissement, dans un liquide de trempe. Cette méthode permet également de déterminer :

- Les vitesses de refroidissement en tout point de notre éprouvette;
- L'influence des différentes solutions de trempe sur les courbes et vitesses de refroidissement de pièces cylindriques;
- L'influence de la profondeur d'immersion de l'éprouvette dans le bac de trempe;
- L'évolution temporelle du champ thermique dans la pièce.

Les figures 5.31 et 5.32 représentent respectivement les courbes de refroidissement et vitesses de refroidissement théoriques au centre de notre éprouvette, trempée dans l'eau, de la température d'austénisation (900°C), jusqu'à la température ambiante (25°C), à différentes vitesses de refroidissement (0, 0.3 et 0.5 m/s).

Nous constatons que les courbes obtenues représentent une assez bonne concordance avec les résultats obtenus expérimentalement dans le cas du refroidissement avec agitation.

- L'allure de la courbe de refroidissement correspond assez bien avec les courbes expérimentales;

- Le temps de refroidissement de l'étude expérimentale et celui obtenu par calcul numérique sont relativement identiques (de l'ordre d'une dizaine de seconde);

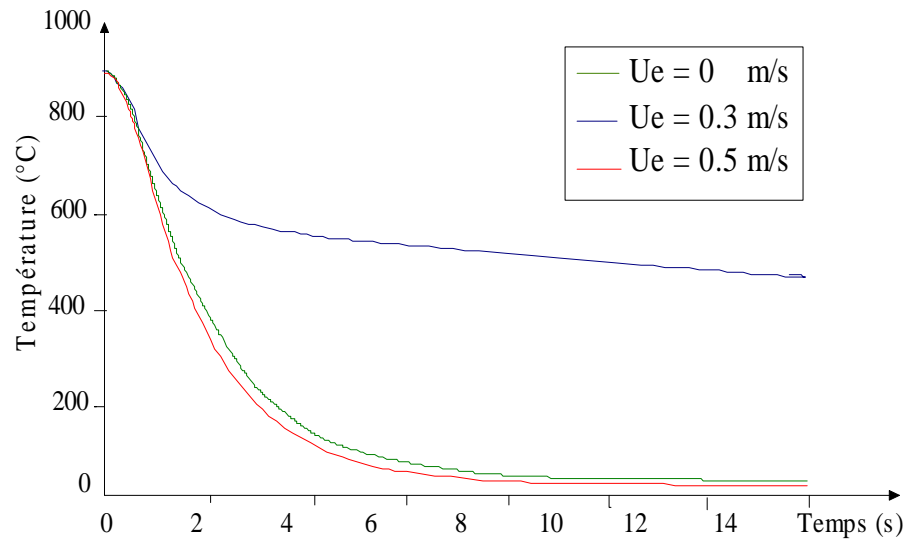


Figure 5.31 : Courbes de refroidissement théoriques du centre de l'éprouvette test pour différentes vitesses d'agitation

- Pour les vitesses de refroidissement, nous ne constatons qu'une petite différence de l'ordre de 2.4% pour une vitesse de refroidissement de 0.3 m/s et de 11% pour une vitesse de 0.5%.

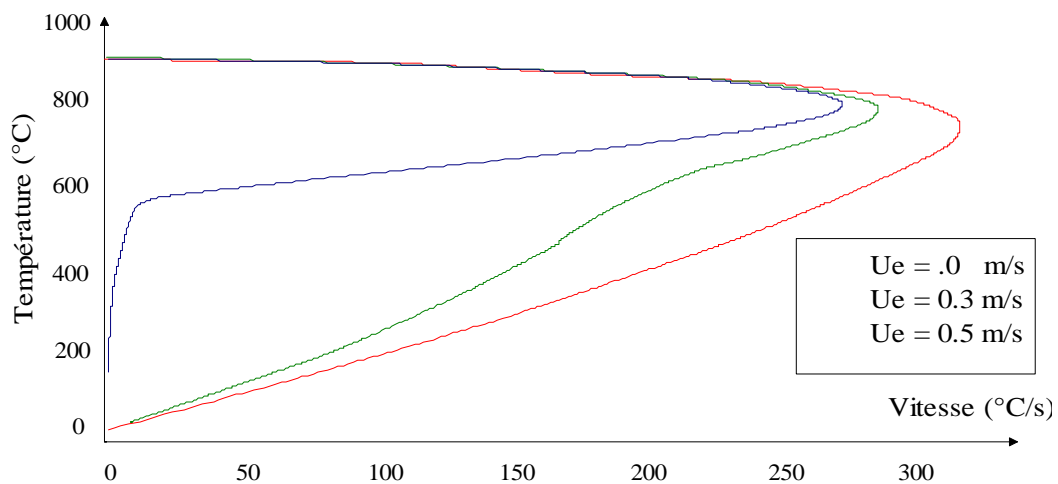
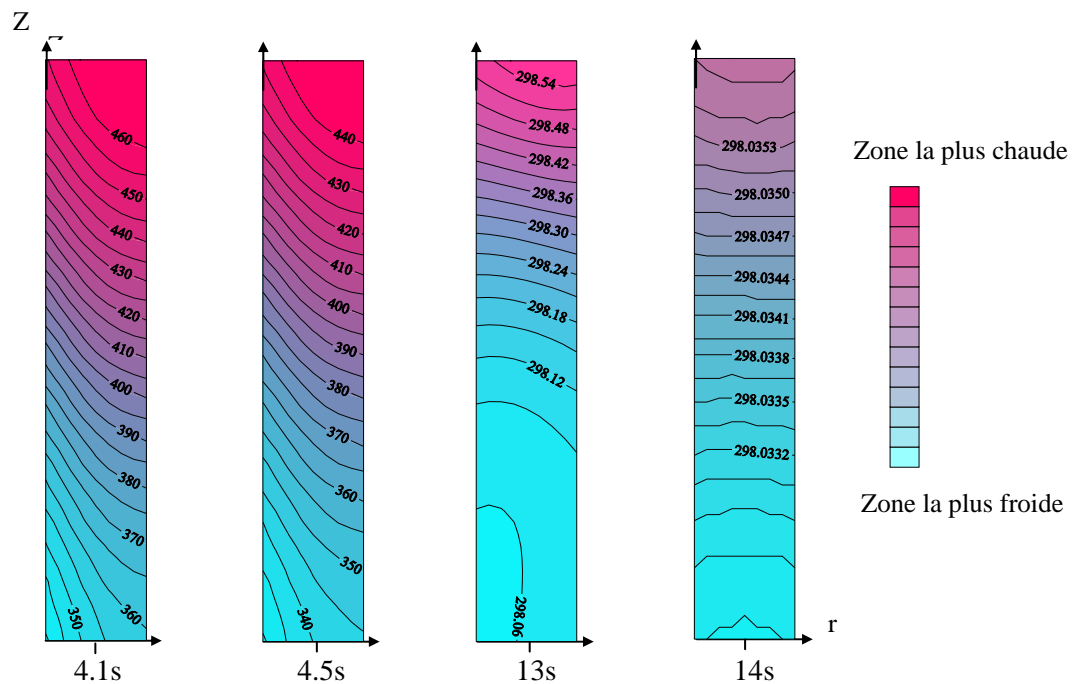


Figure 5.32 : Variation de la vitesse de refroidissement théorique du centre de l'éprouvette test pour différentes vitesses d'agitation

La figure 5.33 représente l'évolution temporelle du champ thermique dans notre cylindre test, à différents temps au cours de son refroidissement, dans le cas de l'eau avec une vitesse de refroidissement de 0.3 m/s.



Avec :  $0 \leq Z \leq h$  ( $h = 48$  mm hauteur de l'éprouvette)  
 $0 \leq r \leq R$  ( $R = 0.8$  mm rayon de l'éprouvette)

**Figure 5.33 :** représentation temporelle du champ thermique de notre éprouvette à différents temps de refroidissement

## V – 2 - 6 – Comparaison des lois de refroidissement entre les différentes solutions de trempe utilisées :

### 1 – Comparaison entre les différentes huiles de trempe :

Les figures 5.34 et 5.35 représentent une comparaison des lois de refroidissement entre la TORADA S22.1 et la Shell 8230. On observe sur les deux courbes obtenues les trois phases de refroidissement (caléfaction, ébullition et convection); en plus, on remarque que la TORADA S22.1 présente une cinétique de trempe plus énergétique que celle de la Shell 8230, ce qui explique la différence des valeurs de dureté obtenues.

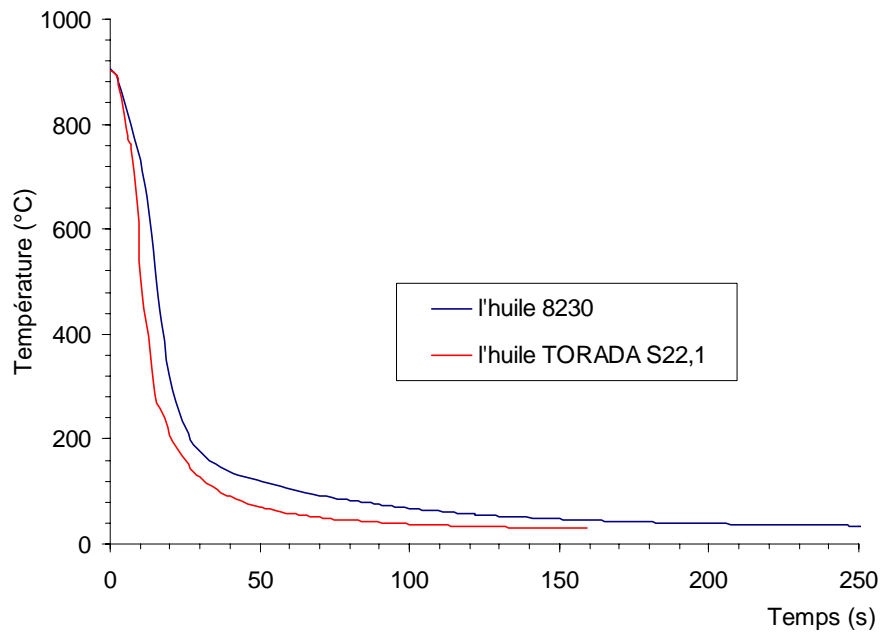


Figure 5.34 : Courbes de refroidissement dans différents types d'huiles de trempe / avec agitation

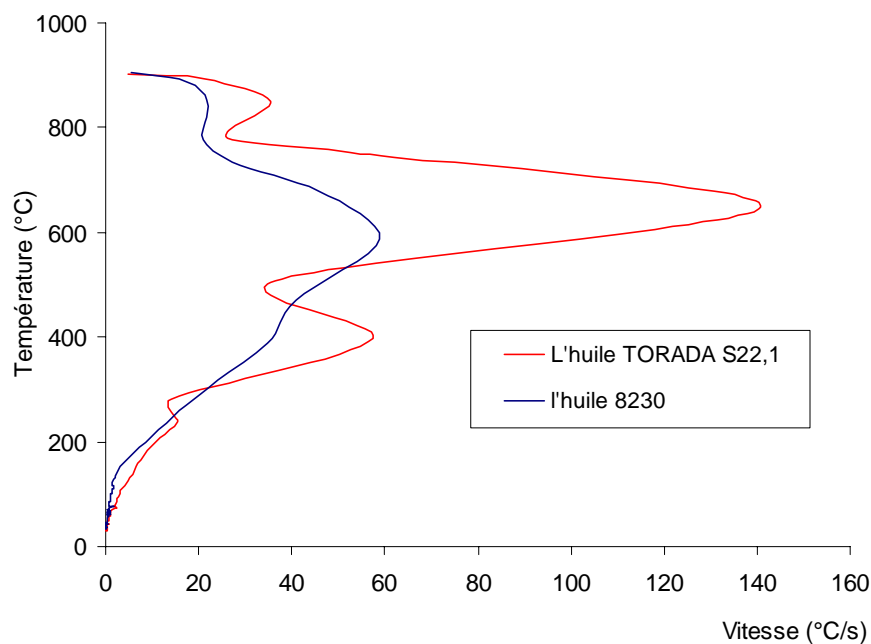
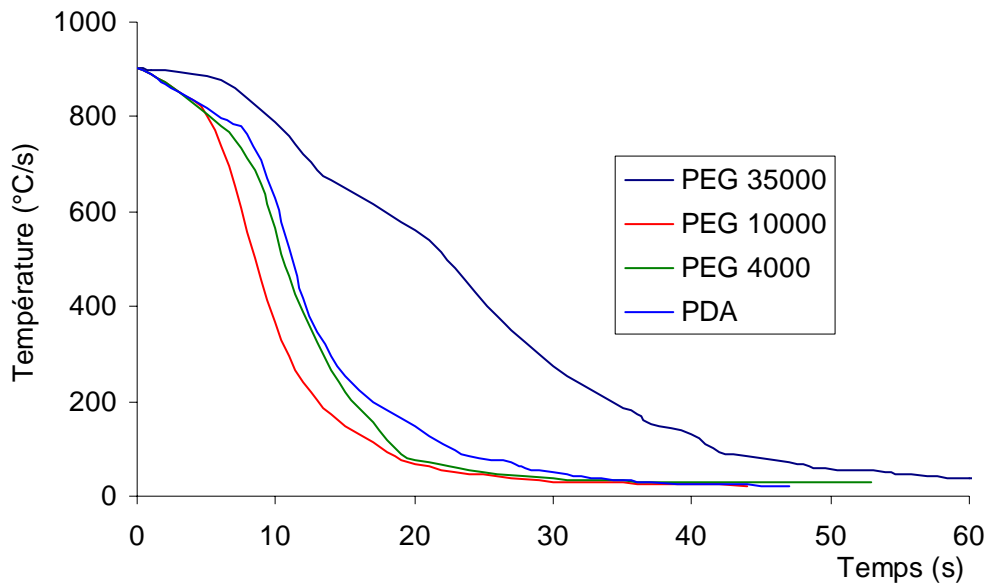


Figure 5.35 : Comparaison des vitesses de refroidissement dans différents types d'huiles de trempe / avec agitation

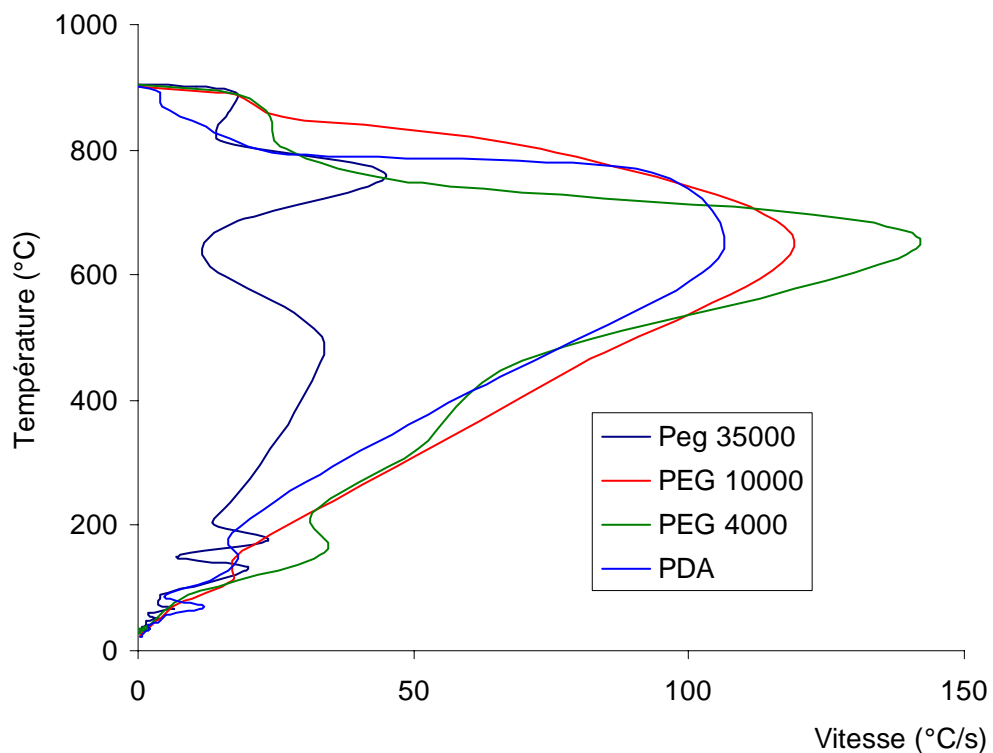
## 2 – Comparaison entre les différentes solutions de trempe à base de polymère :

Les figures 5.36 et 5.37 représentent les lois de refroidissement dans les mêmes conditions de concentration, d'agitation et de température de bain de trempe pour des familles différentes de polymère (15 % de concentration, sans agitation, même température du bain de trempe 22 °C du PDA et des différents PEG). On remarque que chaque solution de trempe à base de polymère se comporte d'une manière différente par rapport aux autres types de

familles de polymère, impliquant des propriétés mécaniques différentes sur les pièces traitées, ce qui nous permettra de choisir la famille de polymère de trempe adéquate selon les caractéristiques mécaniques désirées.



**Figure 5.36 :** Comparaison des lois de refroidissement entre différentes solutions de trempe à base de polymère de concentration de 15%



**Figure 5.37 :** Comparaison des vitesses de refroidissement entre différentes solutions de trempe à base de polymère de concentration de 15%

### 5 – 3 - ETUDE ECONOMIQUE :

Dans cette étude, nous comparons le coût du produit de trempe de la TORADA S-22.1 utilisée à la SNVI avec celui de l'un des polymères étudiés précédemment qui est le Polydur A comme produits de trempe de substitution pour une période moyenne d'un an.

Il est à noter que pour la trempe au polymère, l'opération de lavage additionnée aux produits dégraissants n'est pas nécessaire (l'utilisation d'un rinçage à l'eau est suffisant).

Sachant que pour une capacité de bacs de trempe de 39000 litres, le prix d'un litre de polymère coûte 25.30 FF, soit 278.30 DA, et d'un litre de la TORADA S-22-1 coûte 58 DA, le coût de l'opération de trempe au polymère est estimé à : **2176740 DA/an**; par contre le coût de l'opération de trempe à l'huile, suivi d'un lavage à l'eau additionné à des dégraissants coûte **2443170 DA/an**

Nous pouvons déduire qu'on peut bénéficier, pour une opération de trempe au polymère, d'une somme de: **266430 DA/an**.

## **CONCLUSION GENERALE**

Dans le cadre de ce travail, nous avons réalisé un drasticimètre qui nous a permis de faire une étude comparative des lois de refroidissement de trois grandes catégories de solutions de trempe (l'eau, les huiles et les solutions à base de polymère), en établissant les courbes et vitesses de refroidissement de chacune de ces solutions.

Nous avons élaboré avec succès notre éprouvette test en Inconel 600 qui nous a assuré, tout au long des dizaines d'expériences effectuées, une stabilité des résultats des lois de refroidissement, du fait que notre alliage résiste de façon remarquable aux variations brusques de la température au cours de la trempe (trempe à diverses vitesses de refroidissement) et aux différents types de milieux de trempe (l'eau de mer, les acides, les bases,...etc.).

Le système d'agitation mis en place nous a permis d'homogénéiser la température dans tout le bac de refroidissement en :

- Assurant en continu, le renouvellement du liquide de trempe au tour de l'éprouvette test ou des pièces traitées;
- Accélération la cinétique de refroidissement de la quasi-totalité des solutions de trempe (avec des proportions différentes).

L'exploitation des lois de refroidissement par ordinateur nous a considérablement facilité l'étude des solutions de trempe en effectuant :

- Le tracé des courbes et vitesses de refroidissement avec une multitude de choix de représentations graphiques;
- Plusieurs comparaisons dans une même famille de solution de trempe à différentes concentrations ou entre les différentes familles de solutions de trempe.

Les différentes phases de refroidissement de notre éprouvette (Inconel 600) ont été mises en évidence dans chacune des solutions utilisées, ce qui nous a amené à classer ces solutions selon leur pouvoir refroidissant optimal, tout en tenant compte de l'influence de la concentration et de l'agitation dans les solutions de trempe sur la cinétique de refroidissement.

Les courbes de refroidissement obtenues montrent que les solutions de trempe à base de polymère, du type eau + X% de polymère, peuvent remplacer n'importe quelle huile de trempe (même à caractéristiques de refroidissement améliorées) et peuvent même atteindre des résultats voisinant ceux de l'eau, tout en minimisant au maximum les contraintes qui peuvent surgir au cours des traitements de trempe.

Les solutions à base de polymère présentent plusieurs avantages : elles sont économiques, conditions de travail plus propres et plus sûres, absence d'inflammabilité du bain de trempe, ...etc.

Une partie de notre travail a été consacrée à la description de plusieurs méthodes de calcul de la distribution de la température dans une pièce de forme géométrique simple au cours de son refroidissement par trempe. Nous avons également contribué à la réalisation d'un programme de calcul des lois de refroidissement d'une éprouvette de forme cylindrique identique à celle utilisée dans nos expériences. Ce programme nous a permis de faire une comparaison entre les résultats expérimentaux et celles obtenues par calcul. D'une manière générale, les résultats obtenus par calcul présentent une assez bonne similitude avec les résultats expérimentaux.

L'étude réfractométrique des différentes solutions de trempe a permis l'obtention des courbes représentant l'évolution de l'indice de réfraction en fonction de la concentration, ces courbes sont des droites d'équation  $y = ax + b$ .

L'étude viscosimétrique nous a permis de tracer différentes courbes d'étalonnage montrant, aux températures 25°C et 40°C, l'évolution de la viscosité en fonction de la concentration en polymère. Ces courbes sont d'une grande importance, du fait que la viscosité influe d'une façon significative sur les différents mécanismes de trempe.

Les résultats de dureté obtenus après trempe et revenu des différents alliages utilisés, ont montré que les solutions de trempe à base de polymère peuvent remplacer avantageusement l'eau et les huiles de trempe en :

- Minimisant au maximum les contraintes dues à la sévérité de trempe par comparaison avec l'eau;

- Augmentant les caractéristiques mécaniques des pièces traitées comparativement avec les résultats obtenus avec les huiles.

Dans l'avenir et dans le cadre de la continuité de ce travail, pour améliorer les performances des solutions de trempe à base de polymère et pour une meilleure acquisition des enregistrements des lois de refroidissement, il est important de :

- Utiliser un thermocouple ayant un temps de réponse très rapide, afin d'enregistrer au moindre détail les variations qui peuvent apparaître au cours des différentes phases de refroidissement pendant la trempe;
- Ajouter des additifs (anti-mousse, anticorrosion,...etc.), afin d'optimiser la cinétique de refroidissement des différentes solutions polymériques destinées à la trempe ;
- Suivre la contamination bactérienne, afin d'augmenter au maximum la durée en service des solutions de trempe à base de polymère;
- Améliorer le programme de calcul établi, par une modélisation plus poussée, afin de réaliser des simulations plus précises.
- Sensibiliser les industriels à investir dans ce domaine (utilisation des solutions de trempe à base de polymère ) pour améliorer les caractéristiques mécaniques des matériaux utilisés à leur niveau et rentabiliser le prix de reviens des pièces traitées.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Andriollo 1996  
*P*: 30,71  
J.Paul. Andriollo, La trempe aux polymère dans la forge,  
Document Durferrit, Juin 1996
- Barralys 1997  
*P*: 10  
J.Barralys. G. Maeder, Précis de métallurgie, 5èmé édition  
Nathan 1997
- Beck 1972  
*P*: 50,55  
G. Beck, J.C. Chevalier, Mémoires scientifiques, n° 9,  
(P 623–632), 1972
- Beck 1975  
*P*: 29  
G. Beck – les fluides de travail des métaux, édition technique  
1975
- Benbouzid 2001  
*P*: 60  
S. Benbouzid et D. Djamila, PFE, USTHB, 2001
- Bodin 1992  
*P*: 64  
J.Bodin and col, International conference on quenching, (P  
133-139), USA 1992
- Bouaouadja 1992  
*P*: 8,9,22  
N.Bouaouadja, Matériaux Métalliques, tome 1, 1992
- Boyer 1988  
*P*: 31  
Howard E. Boyer, ASM International Metals, 1988
- Burgdorf 1981  
*P*: 48  
E.H. Burgdorf, Industrial heating, (P 18-25) - 1981
- Champetier 1969  
*P*: 46  
G. Champetier et L. Monnerie, Introduction à la chimie  
macromoléculaire, édition Mason, Paris 1969
- Constant 1980  
*P*: 8  
A.Constant, Revue traitement thermique n° 142,  
(P45-50), 1980
- Constant (a) 1984  
*P*: 12  
A.Constant, G. Henry, Revue traitement thermique  
n° 182, (P55-58), 1984
- Constant (b) 1984  
*P*: 10  
A.Constant, G. Henry, Revue traitement thermique  
n° 185, (P51-61) , 1984
- Couratin 1998  
*P*: 16,19,20,29,35,39,  
43  
D. Couratin, Dossiers techniques de l'ATTT, 1998 édition  
Pyclivres

- Dardel 1963  
*P*: 20,22,55
- Guechtouli 1999  
*P*: 29
- Henry  
*P*: 11,13
- Koudil 2000  
*P*: 43,48
- Lemaire 1976  
*P*: 36,37,71
- Manson 1976  
*P*: 29
- Marti 1989  
*P*: 30
- Mimoune 1999  
*P*: 44,47
- Moreaux 1987  
*P*: 30,35
- Mueller 1983  
*P*: 32
- Murry 1995  
*P*: 6,7,8,9
- Niard 1985  
*P*: 5,28
- Ross 1981  
*P*: 32
- Rottier 2000  
*P*: 41,48
- Sacadura 1980  
*P*: 19,50
- Schanne 1996  
*P*: 30
- Segeberg 1985  
*P*: 20,31
- Yves Dardel, édition de la revue métallurgie, mai 1963
- N. Guechtouli, PFE, USTB 1999
- G. Henry, Revue traitement thermique (P45-50) n° 142, 1984
- Z. Koudil, thèse de magister, USTHB, 2000
- D. Lemaire et col, Revue traitement thermique n° 104, (P 71-81), 1976
- J. Mansson, Document A.T.T.T, réunion technique 1976
- P. Marti, Revue traitement thermique, n°231, (P 37-42), 1989
- S. Mimoune, PFE, USTHB, 1999
- F. Moreaux et col, Revue traitement thermique, n° 207 (P 27-30), 1987
- E. Mueller, heat treating, (P 24-27) – 1983
- Guy. Murry, Techniques de l'ingénieur, traitement thermique M1125, 1995
- J. Niard, Y.Renoux, F. Bouju , Chimie et métallurgie, édition Nathan Technique 1985
- R. Ross Blackwood and col, Installation and control of polyglycol quenchants, heat treating (P 26-36) - 1981
- Régis Rottier et col, Revue traitement thermique, n°321 (P 29-31), mars 2000
- J.F. Sacadura, transfert thermique, paris, 1980
- G. Schanne, Revue traitement thermique, n° 292, (P 27-30), 1996
- S. Segerberg, The International congress on heat treatment of materials, (P 1-9), 1985, West Berlin

Segeberg 1987  
*P:* 19,20,30,36,37

S.Segeberg, Revue traitement thermique, n°212,  
(P41-46), 1987.

Segeberg 1994  
*P:* 59

S. Segeberg and col, heat treatment conference, 1994  
Chicago – USA.

Segeberg 1996  
*P:* 31,39,41

S. Segeberg, J. Bodin, ASM International Heat treating,  
March 1996, Ohio, USA

Thivelier 1977  
*P:* 11

D. Thivellier, Revue traitement thermique, n° 113,  
(P95-96), 1977

## Index des tableaux

<b>Tableau I.1 :</b> <i>Entraînement des liquides de trempe à base de polymères à 30°C, et d'une huile de trempe à 70°C (S.Segerberg 1987)</i>	P: 38
<b>Tableau I.2 :</b> <i>Comportement physico-chimique de différentes solutions aux polymères au cours de la trempe (Z. Koudil 2000)</i>	P: 43
<b>Tableau V.1 :</b> <i>Composition chimique de l'Inconel 600 après élaboration</i>	P: 92
<b>Tableau V.2 :</b> <i>Composition chimique de l'A-S10G après élaboration.</i>	P: 93
<b>Tableau V.3 :</b> <i>Composition chimique des différentes nuances d'aciers utilisées pour la trempe</i>	P: 93
<b>Tableau V.4 :</b> <i>Valeurs de l'indice de réfraction pour différentes solutions de trempe.</i>	P: 94
<b>Tableau V.5 :</b> <i>Variation de la viscosité en fonction de la température pour différentes solutions de trempe.</i>	P: 96
<b>Tableau 5.6 :</b> <i>résultats de dureté des différentes nuances utilisées après traitements de trempe (dans les différentes solutions) et revenu</i>	P:109