



## EDITO

par Pierre BRUCHET, Président A3TS.

Des tendances de fond – réduction des émissions globales de CO<sub>2</sub>, des procédés industriels qui doivent réduire leur impact sur l'environnement, raréfaction et hausses des prix de l'énergie et des matières premières – induisent des mutations profondes et durables dans les stratégies industrielles des entreprises engagées dans la compétition internationale, avec des révolutions technologiques en cours. L'innovation technologique est ainsi redevenue une priorité, les choix technologiques vis à vis des investissements de production sont des éléments clés de la stratégie d'entreprise, les décisions relatives aux matériaux et à leurs solutions de traitement se trouvent ainsi placées au cœur de cette stratégie d'entreprise.

L'information accessible sur les innovations dans le traitement des matériaux, que ce soit au stade de la recherche ou de l'application industrielle, amplifiée par le recours aux canaux Internet, n'a jamais été aussi abondante, facilitant théoriquement le décroisement, le fonctionnement en réseaux, la fertilisation croisée inter-domaines et inter-industries. Dans le même temps, les pressions qui pèsent sur nos organisations, coûts et délais, réduisent le temps et les ressources que chacun de nous peut consacrer à la recherche, la sélection et l'analyse approfondie des informations pertinentes.

C'est l'ambition d'A3TS Sciences et techniques de sélectionner des informations qui paraissent particulièrement significatives et, grâce aux compte-rendus commentés de manifestations récentes, de remettre en perspective ces informations et de leur donner du sens. Bonne lecture !

## INFOS TECHNIQUES



### 2ème CONFÉRENCE INTERNATIONALE : LE TRAITEMENT DES ALLIAGES LÉGERS.

Etat des lieux sur le remplacement du chrome hexavalent.

*De la recherche à l'application industrielle.*

Organisé par A3TS avec le concours du Pôle ASTECH

**6 et 7 décembre 2011**

Paris, dans les locaux de la SAGEM.

Les conférences présentées les 6 & 7 décembre 2011 à Paris faisaient suite à l'édition d'octobre 2009 sur le même thème, à savoir le remplacement du Cr<sup>6+</sup> dans le traitement des alliages légers. Le but était, deux années après, de faire le point sur les pistes exposées en 2009, leur industrialisation et sur l'émergence de nouvelles technologies.

Le réel succès suscité par la première édition, 180 participants, a

été dépassé lors de cette édition 2011 puisque 220 participants ont été enregistrés, dont 25% d'étrangers, ce qui représente également une nette augmentation. A noter également une participation importante de ces derniers au niveau des présentations : BOEING, NORTHROP GRUMAN, UNITED TECHNOLOGY, NAVAIR, ROWAN TECHNOLOGY, UMIST.

Cette manifestation était à nouveau organisée avec le soutien du GIFAS et du pôle ASTECH. Elle a été suivie par un dîner croisière sur les Bateaux Parisiens, réunissant une quarantaine de personnes.

Les différentes étapes du traitement de l'aluminium, utilisant du Cr<sup>6+</sup>, ont fait l'objet de communications.

### 1 - LE DÉCAPAGE

La grande majorité des conférences indique, comme remplacement du décapage sulfo-chromique, une solution sulfo-nitro-ferrique. Ce type de solution est maintenant industrialisé par de nombreux formulateurs présents, SOCOMORE, COVENTYA, HENKEL ... et est utilisé par des constructeurs comme AIRBUS, AEROLIA, DASSAULT AVIATION, EADS CASA ... Une note divergente dans ce concert, S.P. GAYDOS, BOEING, note une influence négative des solutions contenant du Fe<sup>3+</sup> sur la résistance à la corrosion des traitements de conversion ou d'anodisation effectués à la suite.

Les solutions non chromatées retenues par BOEING sont, pour le décapage une solution à base d'acides sulfurique et nitrique ad-

ditionné de bifluorure d'ammonium (BOECLIN) et pour le blanchiment un bain d'acide nitrique. Concernant les bains sulfo-nitroferrique, depuis 2009, il semble que la formulation sans fluorure prenne le pas sur celle avec. La raison tient autant à un aspect technique, la présence de fluorures tend à provoquer de l'attaque inter-granulaire, qu'à un aspect HSE, la dangerosité de l'acide fluorhydrique. A souligner que le nombre de sociétés ayant travaillé sur ce type de formulation a abouti à une certaine diversité dans les formulations. A côté des solutions base fer, il existe, avec moins de développement, des solutions de type phospho-sulfurique mentionnées par MYRIAM AUGROS, SAFRAN.

## 2 - L'ANODISATION

Dans le « monde BOEING », l'anodisation chromique est désormais remplacée par la variante sulfo-borique et, dans une moindre mesure, par les anodisations sulfurique conventionnelle et sulfurique « couche mince ». Aux U.S.A., il semble que la majorité des autres prescripteurs aient optés, selon l'exposé de Keith LEGG de ROWAN TECHNOLOGY, pour les anodisations sulfurique conventionnelle et sulfurique « couche mince ». Toujours selon Keith LEGG, la NAVY a qualifié un procédé d'anodisation sulfurique modifié, développé par METALAST. Dans le « monde AIRBUS », le choix s'est porté sur la solution sulfo-tartrique.

L'exposé de Myriam AUGROS et Christophe METRAL a montré que SAFRAN finissait la qualification d'un procédé d'anodisation sulfurique modifié en remplacement de l'anodisation chromique, procédé produisant de bonnes caractéristiques de résistance à la corrosion, d'adhérence peinture et de comportement en fatigue. Ces bonnes performances seraient dues à l'optimisation des trois étapes, décapage, anodisation et colmatage.

Pour les applications concernant le collage, BOEING utilise un procédé d'anodisation phosphorique. Sophie PETTIER, EUROCOPTER Marignane, a présenté un exposé comparant les propriétés obtenues avec les anodisations phosphorique et phospho-sulfurique. Il ressort de cette étude que les performances sont identiques ou proches, à noter que l'OASP présente l'avantage de produire une couche anodique de 1 à 5 µm, donc plus aisée à mesurer que celle produite par l'OAP qui est de l'ordre de 0,5 µm. EUROCOPTER a opté pour le procédé phospho-sulfurique qui deviendrait le procédé commun au groupe EADS pour cette application particulière.

Concernant les laboratoires d'étude, à noter deux contributions intéressantes. La première, présentée par Emmanuel ROCCA de l'INSTITUT JEAN LAMOUR concernait le projet MODELIA. Une stratégie de traitement est élaborée, tendant à dissoudre les composés inter métalliques présents en surface, lors du décapage puis de continuer à les dissoudre et les « séquestrer » lors de l'anodisation sulfurique. Tout ceci au moyen d'additifs chimiques. Le résultat aboutissant à une amélioration sensible de la résistance à la corrosion.

D'autre part, G.E. THOMSON de l'UNIVERSITE DE MANCHES-TER, a fait une présentation particulièrement intéressante sur l'influence du voltage sur les composés inter métalliques présents en surface, la morphologie des porosités du film anodique et l'influence de l'électrolyte utilisé. La stratégie utilisée est différente de celle mise en œuvre par MODELIA. Elle est, en grande partie, orientée vers le contrôle de la dimension des porosités du film d'oxyde. Pour ce faire, le voltage sera ajusté pour obtenir une morphologie censée être optimale, fines porosités et donc compactité du revêtement près du métal pour obtenir un « effet barrière » maximal et larges porosités près de la surface pour une adhérence optimisée de systèmes organiques. D'autre part, le cycle électrique obtenu permettrait une réduction importante de l'énergie consommée.

Dans un registre différent, à noter une présentation de J. RUNGE, COMPCOTE INTERNATIONAL, sur un nouveau procédé d'anodisation sulfurique dont la solution contient, en plus de l'acide sulfurique, un polymère électro-actif qui se lie chimiquement à l'alumine formée. Une étude a été réalisée, avec MERCURY MARINE INC. pour tester ce nouveau procédé en remplacement d'une conversion chimique chromatée. Dans les deux cas, le procédé testé est suivi par un dépôt par électrophorèse et une finition de peinture ap-

pliquée au pistolet. Le but était d'augmenter la protection anti corrosion des moteurs marin de 5 à 8 années, d'éliminer l'utilisation de produits chromatés, tout en diminuant le coût de la protection. Avec le système COMPCOTE 20 µm + électrophorèse + finition, des tests d'exposition en milieu marin ont montré que après deux années, il n'y avait pas de corrosion significative. De plus, le bilan énergétique serait très intéressant. Une prochaine campagne d'essais doit être réalisée avec une épaisseur de COMPCOTE ramenée à 5 µm. D'autre part, Il est envisagé de tester une version COMPCOTE 5 µm, sans finition, pour le remplacement de l'OAC.

## 3 - L'ANODISATION ASSISTÉE PAR PLASMA

Ce type d'anodisation ne se pose pas en remplacement de l'anodisation chromique, mais plutôt comme un traitement alternatif à l'anodisation dure qui permettrait d'obtenir de meilleures performances tribologiques et de tenue à la corrosion.

Dans son exposé, KEITH LEGG, ROWAN, a indiqué que ce type de procédé est utilisé aux U.S.A. depuis de nombreuses années, aussi bien sur aluminium que sur magnésium. Le cas des roues d'avions a été avancé. Les procédés TAGNITE, KERONITE et ALODINE EC2 ont été cités. Il est mentionné que ce type de procédés pourrait être intéressant pour le traitement des pièces en titane. S.P.GAYDOS indique que BOEING a qualifié récemment ce type de procédé (KERONITE), en remplacement de l'anodisation conventionnelle, pour l'amélioration observée en termes de résistance à la corrosion et à l'usure.

D'autre part, G.HENRION, INSTITUT JEAN LAMOUR, et CLAUDE ROSSIGNOL, LIEBHERR AEROSPACE, ont présenté les résultats obtenus avec le procédé CERATRONIC sur des alliages très chargés en éléments d'addition tels que AU5NKZr, AS7G0.6 et AU2GN. Dans ce cas, il s'agit d'un procédé à polarités positive et négative, utilisé en milieu alcalin, silicate et potasse, avec une tension d'anodisation élevée, 400 à 800 volts. Les propriétés en termes de dureté, frottement et résistance à la corrosion seraient sensiblement améliorées par rapport à l'anodisation dure. Il reste néanmoins des problèmes à surmonter : voltage d'anodisation élevé et donc besoin en refroidissement élevé, traitement réservé aux petites pièces en particulier du fait des densités de courant élevées ; nécessité fréquente de contre électrodes appropriées, enfin finition mécanique impérative pour éliminer la couche superficielle friable.

## 4 - LE COLMATAGE DE L'ANODISATION,

Le colmatage à base de bichromate de potassium ou de sodium, destiné à disparaître, est très performant en terme de résistance à la corrosion et donc difficile à remplacer pour toutes les applications partiellement peintes ou non peintes. Keith LEGG, ROWAN TECHNOLOGY, signale l'utilisation aux U.S.A. de bain à base de Cr<sup>3+</sup>. Dans la même optique, Myriam AUGROS a fait état des résultats satisfaisants obtenus avec un colmatage contenant du Cr<sup>3+</sup>, objet d'une mise au point. Brice SOTTIL, COVENTYA, a fait état d'études concernant un colmatage en deux temps. La première étape utilise un bain à base de Cr<sup>3+</sup> et Zr, le Lanthane 613.3, à 40°C et la seconde étape un bain d'eau déminéralisée à 98°C.

## 5 - LA CONVERSION CHIMIQUE

Actuellement, la solution retenue pour le remplacement de chromatation, type alodine 1200, est le plus souvent une formulation à base de sel de Cr<sup>3+</sup> et de sel de zirconium, éventuellement activée avec un ou des additifs.

Une exception, F.ANTOINE, ATOTECH, a présenté une conversion sans chrome et sans phosphore, INTERLOX 5705, dont l'application principale est d'être un traitement avant peinture, essentiellement pour le secteur du bâtiment. Cette conversion permet de passer les exigences de la MIL DTL 5541F en matière de résistance à la corrosion, sauf avec les alliages de la série 2000.

Pour revenir aux conversions à base de Cr<sup>3+</sup>, Gilles CHOLVY, NEXTER SYSTEMS, a présenté les résultats d'une étude concernant le traitement SURTEC 650V (version colorée) + primaire époxy + finition polyuréthane de la structure mécano-soudée du VBCI, en alliage de la série 7000. Il en ressort que les résultats obtenus, en terme de résistance à la corrosion, de conductibilité électrique et

d'adhérence peinture sont conformes aux standards NEXTER. En particulier, la résistance à la corrosion observée sur la conversion chimique est de 168 heures de BS sans corrosion significative. A noter que RADIALL, selon l'exposé présenté par G.TREDAN, a également qualifié la conversion SURTEC 650V sur la base d'essais de corrosion et de conductibilité électrique réalisés sur des connecteurs en 6061 et AS9U3 selon MIL DTL 81706. Dans son exposé, C. MATZDORF, NAVAIR, a indiqué que tous les produits qualifiés selon MIL PRF 81706 / 5541 type 1A (usage général) sont à base de Cr<sup>3+</sup> et ceux qualifiés selon type 2 (usage électrique) sont également à base de Cr<sup>3+</sup> à une exception près qui est sans chrome.

Selon Brice SOTTIL, COVENTYA, la résistance à la corrosion obtenue avec des conversions chimiques type Cr<sup>3+</sup> / Zr est très dépendante de la composition de l'alliage et de la préparation de surface. Dans le cas du LANTHANE 613.3, elle peut varier de 96 h mini pour le 2024 à 500 h mini pour le 6061. L'utilisation d'un « post dip », contenant des inhibiteurs de corrosion, après le lanthane 613.3 permettrait d'obtenir une résistance à la corrosion de 168 h de BS sur 2024. Selon M.WOLPERS, HENKEL, les solutions de sels de Cr<sup>3+</sup> et de Zr peuvent donner des performances conformes à la MIL DTL 81706, mais le procédé reste moins robuste que la chromatisation et contient toujours du Cr sous forme de Cr<sup>3+</sup> ! Aussi, la solution serait de passer à la technologie sol-gels qui permettrait de surmonter ces deux problèmes.

## 6 - LES SOL-GELS

Dans son exposé, S.P. GAYDOS, a rappelé que BOEING utilise un sol-gel, le BOEGEL, depuis plusieurs années. Ce produit est un organo-silane avec des ions zirconium greffés sur la molécule organique. Le zirconium réagit chimiquement avec l'oxyde, présent en surface de l'aluminium, pour former une liaison covalente, très forte. A « l'autre extrémité », de la molécule, le groupement organique NH<sub>2</sub> réagit également fortement avec les groupements époxy, d'un primaire de peinture ou d'une colle, pour également créer une liaison covalente. D'autre part, les molécules forment des ponts entre elles, créant ainsi un réseau organique dense formant barrière contre la corrosion. L'épaisseur de ce réseau est d'environ 20 nm.

Le point fort est de créer une adhérence élevée entre le métal et le revêtement organique et le point faible est qu'il n'y a pas création d'une protection sacrificielle de l'aluminium sous-jacent. De plus, la barrière est très mince. Concernant les performances, le BOEGEL permet d'obtenir une adhérence peinture sur titane plus élevée que celle obtenue avec un décapage fluo-nitrique ou une conversion fluoro-phosphatée, sans incidence mesurée sur la tenue en fatigue ou la fragilisation par l'hydrogène. Concernant l'aluminium ce procédé permet d'obtenir une adhérence plus élevée des systèmes organiques, accompagnée d'une baisse en fatigue identique à celle observée avec une chromatisation, mais inférieure à celle observée avec une anodisation. Enfin, ce procédé peut être appliqué par pulvérisation ce qui peut présenter des avantages.

Plus amont, Hélène CERDA, INSTITUT CARNOT CIRIMAT, a fait un point sur le programme SOL-GREEN qui tend à développer une formulation originale et à en démarrer l'industrialisation avec un procédé basé sur l'immersion des pièces dans une solution appropriée. L'idée étant de formuler un sol permettant d'optimiser certaines propriétés telles que, résistance à la corrosion intrinsèque du revêtement, propriétés électriques, coloration.... Concernant le passage d'une protection passive (type BOEGEL) à une protection active, un progrès important a été réalisé avec l'adjonction de sel de cérium. A noter que BOEING travaille également à améliorer le BOEGEL par adjonction d'inhibiteurs de corrosion. D'autre part, l'incorporation de nano particules de boehmite semble augmenter l'effet barrière du revêtement. Il a été prouvé qu'il était possible de le colorer. Enfin, des essais ont été réalisés sur une éprouvette type, représentative d'une pièce réelle simple, afin d'évaluer les écarts d'épaisseur obtenus.

Dans son exposé, Pierre MICHELIN, DASSAULT AVIATION, s'est appliqué à décrire l'avenir des sol-gels à court et moyen terme chez DASSAULT. A court terme, la réparation des zones de pein-

ture endommagée est d'ores et déjà qualifiée. D'autre part, il est envisagé d'utiliser ce type de procédé comme « vernis » anti-rayures sur bois et peintures extérieures. A moyen terme, le but serait le remplacement de l'anodisation, ou de l'anodisation + primaire avec Cr<sup>6+</sup> (programme SMILE) sur les pièces de structure de « géométrie simple ».

## 7 - LES PEINTURES

P. J. LATHIERE, MAPAERO, a présenté les résultats obtenus sur un primaire sans chrome et à haut extrait sec qui démontreraient que ce type de produit est utilisable sur les structures internes des avions, conformément aux spécifications constructeurs actuelles. En particulier, après 5000 heures d'exposition au BS sur 2024 + TSA + primaire sans chrome, il n'est pas observé de piqûre ou de décollement du primaire, hors rayure, et pas de corrosion filiforme significative.

G.ARMSTRONG, INDESTRUCTIBLE PAINT, fait état d'une exposition de 3000 heures au BS, sans corrosion significative, du primaire sans chrome IP3 -6700 sur 7075 T6 traité SAA et indique que la prochaine génération de primaire sans chrome pourra polymériser à température ambiante. D'autres recherches sont en cours concernant une formulation avec additifs de type sacrificiels. Eric MORRIS, DEFT INC, a également développé un primaire sans chrome utilisé sur le F35 et KC 767. De plus des développements sont en cours concernant un système complet, conversion chimique + finition directe, sans chrome. Ces développements utiliseraient le cérium.

Une peinture appliquée par immersion en suivant les lois de l'électrolyse ? oui, c'est possible ! et ça s'appelle l'électrophorèse et quand les pièces sont à l'anode, avec une formulation de bain adéquate, l'anaphorèse. C'était le thème de l'intervention d'Andreas TOLZ, PPG, La solution utilisée, AEROCRON CF, est exempte de Cr<sup>6+</sup>. En fait, il s'agit d'une suspension de résines et de pigments. Deux réactions vont avoir lieu à la surface de l'aluminium. D'une part, une réaction d'oxydation du métal semblable à ce qui se passe lors d'une anodisation et, d'autre part coagulation d'un feuillet de peinture qui sera ultérieurement polymérisé à une température compatible avec les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium, 30 minutes à 110°C. La préparation de surface se limite à un dégraissage suivi d'un décapage, sans anodisation ultérieure. Les performances obtenues en terme d'adhérence, de résistance à la corrosion, y compris filiforme, de tenue à l'eau et aux fluides hydrauliques semblent être au niveau des exigences constructeurs actuelles. De plus, le cycle de peinture est très court, quelques minutes et l'uniformité du revêtement remarquable, du fait que les principes mis en œuvre sont identiques à ceux de l'anodisation, un revêtement isolant électriquement dont l'édification est assistée par un champ électrique, il en résulte une auto régulation de l'épaisseur du revêtement. Dans le cas de cette peinture, 20 µm semble un bon compromis.

Dans ce chapitre consacré à la peinture, un produit difficile à classer le PREKOTE, PANTEON ENTERPRISE, a été présenté par Laura ROBERTS. A retenir que ce « promoteur d'adhérence », à défaut d'en savoir plus sur le produit, est utilisé par DASSAULT AVIATION avant la mise en peinture extérieure d'une partie de la flotte des F7X. Il s'agit d'un revêtement organique, sans Cr<sup>6+</sup>, qui présenterait une bonne adhérence, d'une part vis-à-vis des différents matériaux constituant la structure externe de l'avion et, d'autre part vis-à-vis du système de peinture mis en œuvre.

**En conclusion**, ces deux journées de conférences, de niveau élevé, ont permis des échanges fructueux et de faire un point précis sur les évolutions intervenues depuis la première édition en 2009 : Concernant le décapage, la solution sulfo-nitro-ferrique est en tête des solutions de remplacement du décapage sulfo-chromique, même si d'autres solutions, telle que le décapage sulfo-phosphonique sont également testées.

L'anodisation chromique est d'ores et déjà remplacée par l'OASB et le TSA pour certains constructeurs, tandis que d'autres testent

des procédés d'OAS modifié ou de type couche mince. Enfin, pour les applications collage, les procédés OAP et OASP semblent être retenus.

Pour le colmatage, si des procédés à base de Cr<sup>3+</sup> présentent des atouts, il n'est pas certain que d'autres solutions, encore à l'étude, ne voient le jour prochainement.

Concernant les conversions chimiques, actuellement un procédé est qualifié, ou en cours de qualification, mais il n'est pas totalement équivalent à la chromatation. Là encore, le champ est ouvert pour les développements.

Pour les peintures sans Cr<sup>6+</sup>, les progrès semblent évidents et plusieurs solutions sont offertes. De plus, les recherches destinées à mettre au point une peinture uni-couche paraissent intéressantes. En ce qui concerne les sol-gels, le potentiel paraît toujours aussi élevé qu'en 2009, mais le délai nécessaire pour aboutir à l'industrialisation semble être plus long que prévu.

Enfin, l'anaphorèse apparaît (enfin !) comme une alternative attrayante au système anodisation + primaire de peinture pulvérisé.

Alors, vivement la troisième édition, en 2013, pour un nouveau point !

Claude BRAULT

### CIMATTS 2011 : COLLOQUE INDUSTRIEL SUR LES MATERIAUX, TRAITEMENTS THERMIQUE ET DE SURFACE.



Organisé par A3TS avec le concours du Pôle MATERIALIA  
**23 et 24 novembre 2011 – METZ**  
dans les locaux de ARTS et METIERS – PARIS TECH METZ

Résolument axé sur les enjeux de l'industrie AUTOMOBILE, ces 2 jours de conférences et de discussions ont permis aux participants de prendre la mesure des enjeux pour produire les véhicules de demain et de découvrir les voies technologiques sur lesquelles les constructeurs et équipementiers sont engagés.

PSA et RENAULT ont ainsi donné les grandes lignes de force qui vont impacter profondément et durablement l'ensemble de la filière. Parmi les challenges présentés, l'objectif de réduction des émissions de CO<sub>2</sub> à l'horizon 2020 – 95 g CO<sub>2</sub> émis / km en moyenne pour le mix produit de chaque constructeur – est probablement celui qui a le plus marqué les participants.

L'allègement des véhicules imposé par cet objectif (-10 g CO<sub>2</sub>/km équivaut à -100 kg sur la masse du véhicule) après une période de presque 20 ans qui a vu la masse des véhicules augmenter de 15 kg/an en moyennes pour satisfaire les attentes en terme de confort d'usage et de sécurité nécessite une remise en cause généralisée des matériaux utilisés et des architectures des groupes motopropulseurs. Chasse au poids et aux pertes d'énergie dans la chaîne

de production / transmission d'énergie vont ainsi guider toutes les étapes de la conception des futurs modèles.

L'éco-conception des véhicules vers une recyclabilité de 95% des



Source PSA

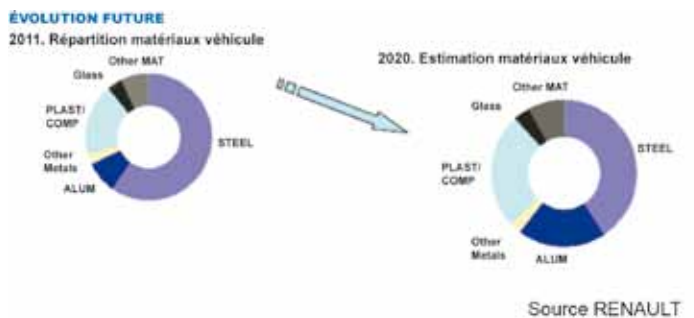
matériaux utilisés, le recours à des matériaux biosourcés et la recherche de solutions industrielles à long terme limitant de plus en plus de recours à des produits sensibles visés par les initiatives REACH et équivalentes va impacter durablement les choix en matière d'ingénierie des matériaux et de leurs traitements.

Enfin, les conséquences de l'évolution d'une industrie automobile vers un modèle de production mondialisé ont été bien décrits en ce qui concerne la nécessaire convergence des procédés de fabrication et de leurs applications en usine tous les jours, pour un même modèle fabriqué en Asie, en Europe ou en Amérique, et la prise en compte de conditions d'usage des véhicules, très différentes ne serait-ce que sur des critères climatiques.

Les 3 sessions spécialisées ont permis chacune d'illustrer ces stratégies et de donner des exemples très concrets des stratégies Matériaux et Traitements qui sont mises en œuvre dans ce contexte.

L'électrification croissante des véhicules – des dispositifs ponctuels du type stop and start ou récupération d'énergie vers des solutions tout électriques induira des problématiques matériaux bien spécifiques. Mais le parc de véhicules légers restera à 90% ou plus équipés de véhicules à motorisation thermique à l'horizon 2020/2025 et c'est lui qui va induire les grandes mutations des matériaux à venir :

- Part croissante des alliages d'aluminium, dans la carrosserie et les organes mécaniques
- Développement des thermoplastiques et des composites
- Montée en gamme des caractéristiques des aciers
- Rôle des traitements thermiques et de surface pour conférer les propriétés mécaniques visées



### SESSION : SOLUTIONS ANTICORROSION

Cette session a montré que les évolutions attendues des caractéristiques des matériaux qui seront mis en œuvre rendront aussi ces matériaux plus sensibles aux risques d'agression, que les attentes du marché pousseront toujours vers le haut. Les solutions de protection contre les corrosions sont ainsi appelées à évoluer

en terme de performance. Dans le même temps, les dispositifs réglementaires en matière d'environnement – REACH en EUROPE – maintiennent la pression sur les procédés actuellement utilisés et poussent les formulateurs vers des solutions mixant le recours à des substituts aux produits de traitements de surface qui feront l'objet d'interdiction d'utilisation dans le futur et la conception de systèmes de mise en oeuvre tels que la filtration en continu.

Augmentation des performances des solutions, abandon progressif de solutions éprouvées non conformes en terme d'impact environnemental et amélioration de la productivité constituent l'équation pour les acteurs de l'anticorrosion.

Nouveaux revêtements pour aciers plats, solutions pour les revêtements de pièces mécaniques (Zn Nickel, Zinc lamellaire) ont ainsi été décrites. Ces exposés ont été utilement complétés par l'approche méthodologique des solutions anti-corrosion vue par un constructeur.

Les solutions anticorrosion par voie humide resteront la voie privilégiée, moyennant des évolutions dans les formulations et les mises en oeuvre. Quelques exemples de travaux sur des solutions de rupture envisageables à long terme (plasma électrolytiques, inhibiteurs de corrosion issus de la chimie du végétal) ont été exposés par L'Institut Jean Lamour.

### **SESSION SOLUTIONS D'ASSEMBLAGES**

La diversité et l'exigence des matériaux à assembler dans le futur (métalliques et non métalliques, aciers à très hautes performances, assemblage hétérogène) imposera le recours à une grande diversité de solutions, en rupture pour certaines par rapport aux solutions d'assemblage classiques que sont les fixations mécaniques et le soudage des métaux. Le choix des solutions d'assemblage devient ainsi complexe. Des exemples de solutions nouvelles qui trouvent leur positionnement ont été introduits : soudage laser, brasage, soudage par impulsion magnétique.

### **SESSION CÉMENTATION DES TRANSMISSIONS**

Les conférences d'introduction ont clairement défini le rôle clé de la transmission.

Les exposés de cette session focalisée sur la cémentation suivie de trempes appliquées aux organes de transmission (arbre, pignons) ont démontré l'exigence de disposer de solutions industrielles garantissant une grande reproductibilité des traitements, de plus en plus de flexibilité, la réduction des déformations, tout en allant vers la réduction de l'impact environnemental (consommation d'énergie, élimination des rejets) et une intégration facilitée dans les lignes de production. Au-delà du choix des technologies qui sont choisies, la maîtrise de la mise en oeuvre des technologies de traitement thermiques dans les usines, dans des contextes historiques, industriels, géographiques et sociétaux différents, en assurant au final des fonctions et des performances homogènes et

reproductibles demeure à elle seule un enjeu industriel essentiel. Grâce à sa flexibilité, la grande reproductibilité des traitements obtenus, la réduction des déformations, son faible impact environnemental et sa capacité à être intégrée dans la ligne de fabrication, la cémentation basse pression, dont le début des travaux remonte à 1982 et la première réalisation industrielle en 1991, est retenue aujourd'hui pour les nouveaux projets industriels par la plupart des grands constructeurs automobiles.

Le cas particulier de cette technologie met en évidence le facteur temps nécessaire entre le début d'un programme de recherche-développement et le déploiement de la solution à l'échelle industrielle. Il a fallu plus de 20 ans entre les premiers essais et la maturité industrielle.

Or les échéances pour obtenir les gains de performance visées par l'industrie automobile sont très courtes : 95 g CO<sub>2</sub> / véhicule n'est pas un objectif à 20 ans mais à moins de 10 ans ! - Il y a nécessité d'accélérer le développement technologique, ce qui exige de modifier en profondeur les modes de fonctionnement traditionnels. Des modes de travail collaboratif s'imposent entre les acteurs de la filière, associant autour des objectifs visés et partagés les grands donneurs d'ordre, les fournisseurs de matériaux, de composants, d'équipements et de systèmes industriels, les centres techniques et les laboratoires publics et privés, autant d'acteurs de tailles et de milieux technologiques très diversifiés.

L'A3TS contribuera à faciliter ce travail en mode collaboratif, en favorisant les échanges, en mettant en relation des membres de milieux technologiques et industriels parfois éloignés ou qui n'ont pas l'habitude de travailler ensemble et en contribuant à la diffusion de l'information scientifique et technologique dans le domaine du traitement des matériaux.

Enfin nous tenons à féliciter les « régionaux de l'étape » qui ont perpétué la tradition du Cimatts, à savoir la section A3TS Est, le pôle Matériaux, les Arts et Métiers Metz, l'Institut Jean-Lamour et le Critt Metall2T qui nous ont notamment démontré que la Région Lorraine avait des perspectives intéressantes en traitements des matériaux en relation avec le secteur automobile. Les deux exposés concernant le nouveau Cluster Traitement de Surface et le programme Auto-Essor piloté par la CCI Lorraine nous ont donné un aperçu de cette dynamique régionale, qui est également un des atouts de l'A3TS en associant activement les Régions dans ses manifestations tout au long de l'année.

*Pierre BRUCHET*

## **BRÈVES**

### **INDUSTRIE**

#### **LES FORMULATEURS DE PRODUITS CHIMIQUES DEVANT LA COMMISSION ALUMINIUM**

*Par Claude BRAULT – animateur de la Commission*

La commission aluminium de l'A3TS existe depuis début 2008. Son action est centrée sur les traitements de surface des alliages légers. Elle est constituée d'une dizaine de membres. Les thèmes traités sont les suivants :

- L'échange d'informations entre ses membres ;
- La rédaction de fiches techniques, disponibles sur le site de l'association ;
- L'information dans les LP, IUT, Facultés et Ecoles d'ingénieurs, sur les TS des alliages légers et les métiers associés ;
- La participation à l'organisation de conférences.

A l'initiative de cette commission, la société HENKEL représentée par Francis TROMBETTA, Aerospace Group of HENKEL et Guillaume BALLOT, Technical Service Engineer, a présenté le 27 octobre dernier, au siège de l'association, l'état de ses travaux de développement concernant le traitement des alliages d'aluminium avec des formulations sans Cr<sup>6+</sup>.

Ces travaux, présentés par Francis TROMBETTA, portent sur le dégraissage, le décapage et la conversion chimique.

### 1 - DÉGRAISSAGE TURCO C - 8000 GL

La société propose une formulation sans Cr<sup>6+</sup> et sans borate, tous deux classés CMR. Cette formulation est distribuée sous forme de deux produits séparés mélangés lors de l'utilisation. Le premier produit est à base de phosphates minéraux et le second, d'émulsifiants et de tensio-actifs. Ce dégraissant fonctionne, à pH 8,5, par immersion ou pulvérisation. La variante par immersion est améliorée par utilisation d'ultra-sons. Deux points à tester, l'élimination des protections temporaires et la qualité du dégraissage dans les trous borgnes. Le produit est utilisé par EUROCOPTER La Courneuve, avant conversion chimique.

### 2 - DÉCAPAGE DEOXALUME 2310

Cette dénomination recouvre un mélange nitro-sulfo-ferrique activé par du bifluorure d'ammonium, pour contrôler la vitesse de dissolution, et du molybdate pour éviter la re-déposition du cuivre. Il est qualifié, entre autre, par BOEING, BOMBARDIER, NORTHROP GRUMANN et VUGHT et, est utilisé en blanchiment ou décapage, avec une durée de vie longue, constatée chez ces constructeurs de 2 à 6 années. Selon les études menées par HENKEL, pour du 2024, la teneur en cuivre en extrême surface est de l'ordre de 18% et il faut dissoudre de 50 à 150 nm de métal pour revenir à la concentration nominale de l'alliage. Avec un décapage à la déoxalume, cette teneur diminuerait de 18 à 12%. Francis TROMBETTA insiste sur la relation entre la concentration en cuivre en extrême surface et la qualité du traitement de surface réalisé ensuite, en particulier en matière de résistance à la corrosion.

### 3 - CONVERSION ALODINE 5923 PLUS

Cette formulation fonctionne sur une base Cr<sup>3+</sup> / Zr par immersion à pH 3,8 à 4,2, 20 à 40°C, 2 à 10 minutes. Elle peut être également utilisée par pulvérisation et est destinée à remplacer l'ALODINE 5923 qui ne présente pas une fiabilité suffisante sur 2024 et 7075 en terme de résistance à la corrosion. La nouvelle version permettrait d'atteindre 168 heures d'exposition au BS sur ces deux matériaux dans le respect des critères suivants :

- < 5 piqûres inférieures à 0,8 mm par dm<sup>2</sup>
- < 15 piqûres inférieures à 0,8 mm sur 5 éprouvettes.

La version « PLUS » contient 2 inhibiteurs de corrosion spécifiques de Cu et Zn. La durée de vie du bain serait de l'ordre de 0,2 à 1 m<sup>2</sup> traités par litre de bain. Un système de peinture primaire époxy + finition polyuréthane présenterait une bonne adhérence, selon ISO 2409. La teinte obtenue est iridescente avec un poids de couche de l'ordre de 400 mg / dm<sup>2</sup>. Le rapport Cr / Zr peut être suivi par fluorescence X, qui reste cependant une méthode couteuse.

Actuellement, il n'existe pas d'utilisation industrielle du produit, des tests sont possibles via le laboratoire de DUSSELDORF.

A l'issue de cette présentation, de nombreuses questions ont été posées par les membres présents de la commission qui ont appréciés la qualité de la présentation.

Les adhérents de l'association sont invités à se rapprocher d'HENKEL pour obtenir plus de précisions, si nécessaire.

Dans les mois à venir, la commission organisera le même type de réunion avec d'autres formulateurs.

## CONGRÈS

22-23 mars 2012 - Strasbourg (France)

**European Conference : Combined treatments to improve surface properties**

[www.a3ts.org](http://www.a3ts.org)

18-20 juin 2012 - Charlotte, North Carolina (USA)

**AEROMAT 2012 : Aerospace Materials and Processes**

[www.asminternational.org/content/Events/aeromat/technical.jsp](http://www.asminternational.org/content/Events/aeromat/technical.jsp)

25-27 juin 2012 - Bangkok (Thailand)

**1st international Conference on Energy and the future of Heat treatment and Surface Engineering**

[www.mfec.or.th/EFhtse2012](http://www.mfec.or.th/EFhtse2012)

9-13 septembre 2012 - Istanbul (Turquie)

**Eurocorr 2012 : The European Corrosion Congress**

<http://www.eurocorr.org/EUROCRR+2012>

10-13 septembre 2012 - Chicago - II (USA)

**6th international Conf. Quenching and Control of distortion Engineering**

[www.asminternational.org/qcd](http://www.asminternational.org/qcd)

11-14 septembre 2012 - Leoben (Autriche)

**9th Tooling conference/4th International Conference on Heat Treatment of Tools and Dies**

[www.tool2012.at](http://www.tool2012.at)

23-25 octobre 2012 - Pekin (Chine)

**20th Congress IFHT**

[20ifhtsechts@chts.org.cn](mailto:20ifhtsechts@chts.org.cn)

### ASM HEAT TREATING SOCIETY CONFERENCE

**Du 31 octobre au 2 novembre 2011 à Cincinnati, Ohio, USA**

*Compte rendu réalisé par Patrice Levée (Air Liquide), Centre de recherche Claude Delorme.*

Le congrès biennuel de l'ASM Heat Treating Society se tenait en 2011 au Duke Energy Center à Cincinnati. Nous y étions présents en 2007 à l'occasion de l'édition de Détroit sponsorisée par GM qui était à cette date en pente ascendante. La crise de 2008 aura laissé des stigmates sur le secteur automobile et sur les équipementiers, et l'on constate en comparant les deux éditions et en discutant avec ses acteurs, que le paysage du traitement thermique a lui aussi souffert.

Même si cette session n'était pas comme les fois précédentes couplée à la conférence ASM Materials, aucune session posters n'était organisée pour les doctorants et autres recherches universitaires et seul le WPI CHTE (Worcester Polytechnic Institute – Centre for Heat Treating Excellence) était présent avec des doctorants.

Se déroulait au même moment « Gear Expo 2011 », salon des équipementiers très orienté fabrication mécanique (usinage CNC, métrologie, contrôle qualité) avec une participation des fabricants de fours de traitement thermique, tout au moins les leaders. Une présence imposante d'IPSEN USA avec son nouveau four multi-traitements de grande capacité et un exposé d'Aymeric Goldsteinas sur des travaux relatifs à la carbonituration et aux performances obtenues dans ce nouveau four. ALD et ECM étaient également présents.

L'exposé d'IPSEN traitait lui de la gestion (maîtrise) de la formation de la couche blanche en nitrocarburation mais se voulait davantage promoteur du four en matière de flexibilité, le maître mot souvent entendu chez les équipementiers. Avec une installation unique, d'un volume adapté aux besoins du client, une façon très souple de mettre en œuvre le plus grand nombre de traitements possibles.

Autre aspect remarquable, la capitalisation des données en cours de traitement avec de plus en plus de points de mesures (température, pression, espèces gazeuses) à fin de post-traitement si besoin est en cas de litige sur la qualité et d'optimisation continue des recettes de traitement. De plus en plus on note le développement pour des applications « hautes technologies – hautes performances » de recettes de traitement très pointues qui nécessitent justement cette capitalisation. Un aspect développement de recettes que l'on perçoit dans les exposés traitant de la cémentation en générale, avec un couplage très fort entre la métallurgie (grade de l'acier à traiter, microstructure particulière, propriétés ciblées, diagrammes TRC), les gaz à mettre en œuvre, leur mode de dé-

composition, les produits secondaires, les capteurs associés : une convergence entre les besoins et les outils avec une automatisation accrue et le retour à des études plus fondamentales pour alimenter les automates si besoin est.

Présenté par ALD, un exposé abordait la maîtrise de la distorsion lors d'une trempe au gaz après carburation, avec la recherche d'une l'homogénéité de la trempe, dans la pièce et dans la charge. Il y a de nombreux travaux sur la compréhension par modélisation du développement des contraintes internes du fait des modifications cristallographiques de la transition austénite martensite, mais le facteur limitant est bien souvent plus d'ordre technologique que scientifique.

Le papier présenté par ALD s'intéresse aux conditions expérimentales de la trempe HP pour atteindre le niveau de distorsions « minimum admissible » ; c'est-à-dire des pièces de transmission directement utilisables sans reprise d'usinage et ce homogène dans la charge.

Il s'agit d'un module indépendant qui vient se positionner face à la cellule de chauffe avec une circulation du fluide (Hélium) assurée

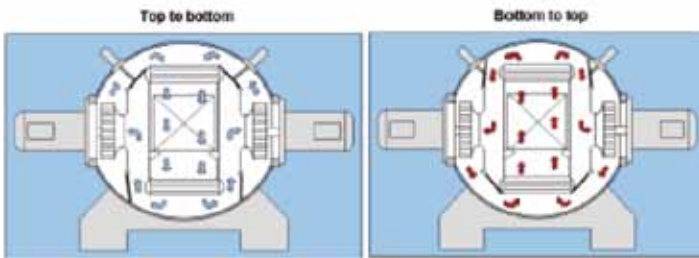


Fig. 4: "Reversing gas flow" as applied in the ModulTherm® – quenching chamber

au moyen de deux turbines positionnées latéralement et la possibilité d'inverser le sens de circulation au moyen de déflecteurs en cours de trempe. Cette approche permet selon ALD de lever la problématique de l'hétérogénéité dans la charge.

L'autre problématique est celle de l'hétérogénéité dans la pièce. La réponse est la trempe dynamique : jouer sur la vitesse et la pression en cours de trempe avec un couplage sur le diagramme TRC. Trois étapes : une trempe rapide en début de procédé jusqu'à atteindre en surface des pièces, sans la franchir, la température Ms, en jouant sur le couple pression vitesse de gaz. Seconde étape, pour laisser le temps au cœur de la pièce de rattraper la température de la peau, par une réduction de la vitesse du gaz et probablement de la pression, puis une fois le maintien terminée (température uniforme atteinte dans la pièce), à nouveau accélération de la trempe, franchissement de Ms vers la température de sortie de la charge.

Il est clair que la / les recettes de trempe sont à définir pour chaque géométrie de pièce / nuance d'acier. Mais s'agissant de production importante pour l'industrie automobile cela ne pose pas de problème (d'autant qu'ALD profite de la capitalisation des données passées pour accélérer le développement des recettes).

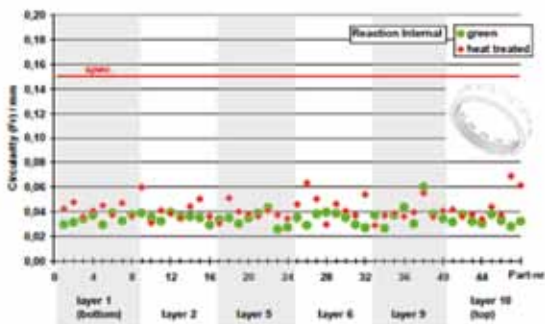


Fig. 7: Circularity of Reaction Internal gears before and after heat treat (LPC and HPGQ with Dynamic Quenching); spec.

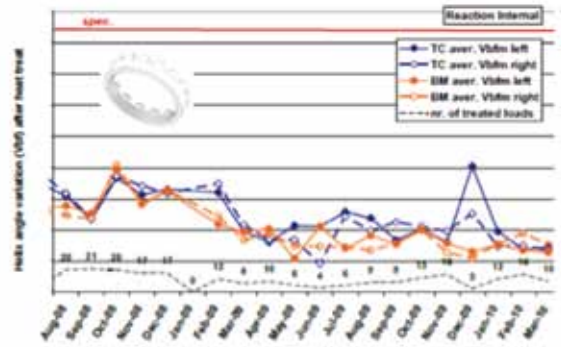


Fig. 9: Reaction Internal gears: helix angle variation after heat treat averaged per month of production (TC=sample from top corner of the load; BM=sample from bottom middle of the load; the number of inspected loads is indicated per each month)

Les résultats présentés semblent excellents et particulièrement stables dans le temps. Les deux diagrammes ci-dessous parlent d'eux mêmes, s'agissant pour le premier de la comparaison pièces non traitées (vert) vs pièces LPC+HPGQ avec une cible maximale de 150µm de distorsion géométrique sur des couronnes et pour le second la courbe caractéristique de la stabilité du traitement sur le long terme. Sans appel, sauf à se demander ce que cela pourrait donner avec un mélange CO<sub>2</sub> Helium ...

Cet exposé illustre le niveau de maîtrise et de compréhension des phénomènes auxquels est arrivé un équipementier comme ALD.

Plus fondamentaux, bien que se voulant pratiques et applicables rapidement au travers d'outils simples, les travaux présentés par le WPI dans la continuité des résultats de la thèse d'Olga Karabelchchikova en 2007 qui avait donné lieu au développement de l'outil CarbTool.

Plusieurs papiers étaient présentés :

« Evaluation of Process Control methods for Nitrogen Hydrocarbon Atmospheres »,

« Intelligent Heat Treating : Simulation of Carburization Process (approche ThermoCalc dans un outil simplifié pour l'obtention rapide d'un couplage traitement vs diagramme TRC),

« Development of Low-Cost, Rapide Case Hardening Treatments for Austenitic Stainless Steels ».

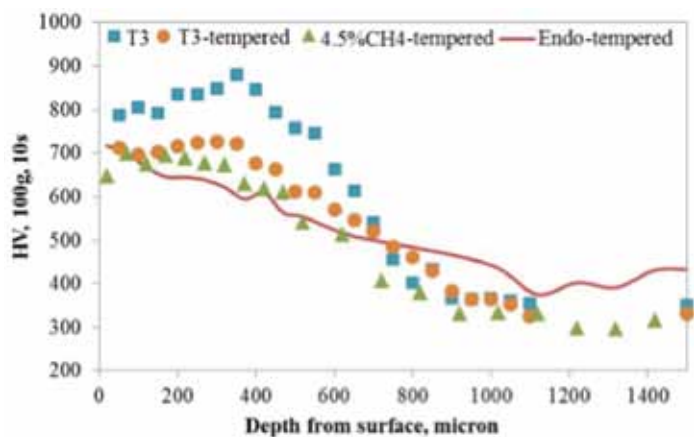
Les sujets sont distincts mais l'approche reste la même. On regarde un traitement, pour une nuance d'acier représentative et largement utilisé et l'on s'intéresse à la décomposition de l'atmosphère pour identifier le coefficient d'échange gaz / surface, on identifie le coefficient de diffusion pour la mise en œuvre d'un modèle sur une base classique de lois de Fick et on propose un outil simple facilement mis en œuvre pour l'aide à la définition d'une recette de traitement.

La maîtrise de l'ensemble des aspects du traitement, y compris le process control au travers du développement de capteurs spécifique du traitement. C'est une caractéristique des travaux menés par le WPI, on se rappellera le brevet sur un capteur embarqué pour la cémentation sous vide, en utilisant une mesure de résistivité directement sur une pièce en cours de cémentation.

Dans le cadre de la carburation sans apport d'oxygène (N<sub>2</sub> / CxHy) pour réduire l'IGO, le problème d'une l'atmosphère hors d'équilibre se présente : la technique proposée pour le contrôle du procédé est un couplage entre le taux H<sub>2</sub> évalué expérimentalement en fonction de l'avancée de la cémentation (sous C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> et CH<sub>4</sub>). Leur atmosphère étant dépourvue d'hydrogène, seule la décomposition de l'hydrocarbure peut en être la source. ... à voir, l'assemblée doutait un peu de la méthode. A noter que cette étude s'inscrit dans un partenariat avec Air Products, sur la cémentation avec activation Plasma (brevet qui avait déjà été présenté à ASM Heat Treating Society en 2009). La conclusion est qu'il n'y a pas d'effet

du plasma sur la carburation, ni sur la cinétique de la réaction ni sur le résultat en termes de profil et de profondeur de cémentation. Sur l'atmosphère en elle-même les auteurs annoncent obtenir la bonne dureté / taux de carbone en surface et un excellent profil de cémentation dans l'optique où une reprise en usinage est nécessaire sans altérer la dureté de surface. L'IGO (oxydation Intergranulaire) semble bien maîtrisée.

La figure ci-dessous illustre ces résultats par une comparaison entre les profils de carburation sous  $N_2$ ,  $C_3H_8$  (T3, avant et après revenu) et  $CH_4$  / endo après revenu.



Le dernier sujet présenté, avec la collaboration d'Air Products, traite de la nitrocarburation des aciers inox. Si les aspects scientifiques restent comme toujours centrés sur la nature de la couche blanche qui se développe en surface, de la difficulté à la faire croître en profondeur, il semble que l'activation de l'atmosphère par un arc électrique autorise des résultats encourageants en termes de réduction du temps de traitement et nature / « performances » de la couche formée :

- Le ratio élevé profondeur nitrocarburee / temps est obtenu par l'activation du gaz au moyen d'un plasma d'Ammoniac + faible concentration en méthane ou Ammoniac /  $N_2$  +  $CH_4$  (qui accélère le traitement et augmente la dureté finale sans carburation). Le choix de la température de traitement conditionne la nature de la couche développée avec le risque potentiel de former des nitrures de chrome qui ont pour effet de dégrader la tenue à la corrosion par appauvrissement en chrome de la couche externe. L'activation de l'atmosphère en entrée de four semble d'autant plus intéressante que le traitement se déroule à basse température.

- Le corollaire à cette problématique de formation de nitrures de chrome est d'identifier les conditions de traitement permettant de saturer l'austénite en azote hors des conditions thermodynamiques de formation de nitrure. La couche S, métastable, est ainsi obtenue en opérant à une température de  $500^\circ C$ , « l'expanded austenite » qui présente des propriétés de tenue à la corrosion meilleure que

le métal avant traitement. Conditions de formation parfaitement maîtrisées, température inférieure à  $530^\circ C$  afin de réduire la mobilité des atomes d'azote en solution et le risque de formation de nitrures de chrome, et temps de traitement court ramené à 4h (alors que l'on parle pour une couche « S » de  $20\mu m$  d'un temps de traitement supérieur à 20 heures).

En conclusion, « simple & cheaper », une technologie pouvant être industrialisée moyennant optimisations.

Dernier sujet à retenir, celui de la trempe cryogénique présenté par l'université de Detroit, collaboration avec Air Liquide.

Sujet totalement ouvert, vierge, qui concerne une famille de fontes, les « ADI » pour Austempered Ductile Cast Iron, très riches en carbone (3.6%). Le traitement d'obtention de ces fontes consiste en une austénitisation avec un maintien en température d'autant plus long que le taux de carbone est élevé afin de permettre sa dilution du graphite vers l'austénite. S'en suit une trempe avec la nécessité de bien contrôler la durée de la trempe et la température du bain, suivi d'une trempe étagée bainitique « austempered » à la température du bain (typiquement  $288^\circ C$  dans le cas présent) pendant deux heures.

L'étape suivante est un refroidissement lent jusqu'à  $-150^\circ C$  depuis la température ambiante (rampe de 8 heures) suivi d'un maintien de 12 heures puis remontée à la température ambiante par une rampe de 8 heures.

Durant la trempe bainitique, la ferrite se développe en marge de l'austénite puis la consomme avec l'avancée de la trempe. En fin de traitement le taux d'austénite résiduelle est de l'ordre de 8 à 9%.

Applications ciblées (entre autres) pour les ADI : éléments devant présenter une bonne tenue en fatigue, résistance à la fissuration, tenue à l'abrasion : automobile, ferroviaire, axes de transmission, roues de train, patins de freinage... Autres avantages des ADI, un coût de production plus faible, facilement usinable (allongement de la durée des outillages) et une densité plus faible qui leur confèrent une résistance spécifique supérieure à celle des aciers « classiques ».

L'objectif de la trempe cryogénique est d'augmenter la résistance à l'usure en augmentant la dureté de surface. Cette augmentation de la dureté se fait par consommation du carbone présent dans l'austénite résiduelle, ayant pour conséquence une modification des propriétés mécaniques (attendues) de la fonte post trempe bainitique.

L'austénite étant plus ductile que la ferrite on s'attend à une diminution de la ductilité, une augmentation de limite d'écoulement et un taux de consolidation plus faible (diminution de l'exposant dans une loi de type Norton).

Les résultats obtenus vont bien dans ce sens : augmentation de la contrainte d'écoulement, meilleure dureté (développement de carbures), excellente tenue à l'usure et conservation d'une excellente résistance à la fissuration ... sans que l'on puisse réellement expliquer la raison d'un point de vue cristallographique sauf à constater que l'intégralité de l'austénite a été consommée. Le sujet reste ouvert, mais l'appel du pied concernant les moyens nécessaires était très clair.

## DU CÔTÉ DES LABORATOIRES

### ETUDES DES MÉCANISMES D'ENDOMMAGEMENTS DES DÉPÔTS PVD SOUS IMPACTS RÉPÉTÉS.

Thèse soutenue par Salim LAMRI le 2 décembre 2010 à l'université de Technologie de Belfort Montbeliard.

Afin d'identifier les mécanismes d'endommagement, un dispositif d'essai par impacts a été instrumenté et étalonné en vue de maî-

triser les paramètres d'essai.

Ensuite des essais d'impacts répétés à courte durée ont été réalisés sur des dépôts de type CrN. Un mécanisme de rupture original des dépôts minces par flambement qui conduit à un cloquage a été observé et confirmé. Dans le but de mieux comprendre les conditions de formation des cloques observées et de pouvoir contrôler leur apparition, une étude expérimentale de l'influence des paramètres du dépôt, du substrat et des conditions de l'impact a été menée.

Ensuite un modèle de la sollicitation d'impact par éléments finis a été réalisé et les résultats issus de la simulation ont ensuite été comparés aux résultats expérimentaux obtenus.

<http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/60/75/07/PDF/LamriSalimtheseUTBM.pdf>



## **MÉCANISME DE DÉGRADATION DE REVÊTEMENTS BASE CRN ÉLABORÉS PAR ARC-PVD : INTÉRÊT D'UNE NANO-ARCHITECTURE**

*Thèse soutenue par Thomas Schmitt le 13 décembre 2010 à l'Ecole Centrale de Lyon.*

Le caractère réfractaire du nitrure de chrome en fait un candidat de choix pour les applications à hautes températures. L'objectif du travail réalisé était de déterminer l'influence d'une microstructure contrôlée à l'échelle nanométrique sur la durabilité de films minces base CrN synthétisés par évaporation par arc cathodique. Les différentes microstructures sont obtenues par modification chimique (addition d'Al et de silicium) ou par alternance des couches. L'ajout d'aluminium à du CrN aboutit à la formation d'une solution solide et améliore les propriétés mécaniques du revêtement. La résistance à l'oxydation est augmentée par la présence de liaisons fortes Al-N, qui permettent de limiter le départ d'azote et ainsi de retarder le phénomène d'oxydation. De plus la démixion de la phase initiale CrAlN en deux phases distinctes CrN et AlN tend à isoler les grains de CrN et ainsi à améliorer leur stabilité thermique. La même transformation est observée après les essais de frottement et semble à l'origine des performances accrues du dépôt vis à vis de l'usure. L'addition de Silicium se traduit par la synthèse d'un revêtement nano composite pour une teneur minimale d'environ 2% atomique. Cette structure est formée de grains nanométriques enrobés dans une matrice amorphe. Le changement de structure s'accompagne d'une meilleure résistance à l'oxydation, en raison des propriétés de barrière diffusionnelle de la matrice qui protège les nano grains de CrN. En revanche, une fraction volumique trop importante de la phase amorphe apparaît préjudiciable au comportement tribologique. L'emploi de ces mêmes films (CrN et Cr-SiN) en architecture nano stratifiée inhibe ce comportement. Des essais de micro traction montrent que l'alternance des couches permet de limiter la formation de fissures, si bien que l'architecture multicouche semble prometteuse dans le cas de sollicitations sévères. De même, la stratification de CrN et CrAlN donne des revêtements extrêmement durables. L'originalité de ce travail réside dans la détermination des mécanismes de dégradation des différentes microstructures, d'une part en établissant le lien entre microstructure et propriétés d'usage, et d'autre part en considérant ces dégradations selon une approche in situ locale.

[http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/63/37/84/PDF/These\\_thomas-schmitt.pdf](http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/63/37/84/PDF/These_thomas-schmitt.pdf)

## **CONTRIBUTIONS À L'ORDONNANCEMENT RÉACTIF DES INSTALLATIONS DE TRAITEMENT DE SURFACE – APPLICATION INDUSTRIELLE**

*Thèse soutenue par Etienne CHOVE le 20 octobre 2010 à l'université de Nantes*

Cette thèse de doctorat aborde le problème de l'ordonnancement réactif des installations de traitement de surface. L'émergence, sur le marché industriel, d'entreprises implantées dans des pays à faible coût de production et la réduction de l'horizon de planification de la production, impose une révision du mode de pilotage. Depuis une décennie, des chercheurs travaillent sur le pilotage réactif, mode d'organisation dans lequel aucune décision n'est prise à l'avance. Ce mode de pilotage a l'avantage de répondre aux aléas de production et aux commandes volatiles, tout en assurant de bonnes performances. Il s'oppose principalement au pilotage prédictif dans lequel l'affectation des tâches aux différentes ressources se fait a priori. Le traitement de surface est une étape de la production des pièces consistant à modifier la structure physico-chimique de la surface des pièces par immersion dans différents produits chimiques. Les pièces sont transportées par des ponts roulants, ressource généralement critique. Les temps de traitement, commençant avec l'immersion par le pont et se terminant par la reprise du pont, sont généralement bornés, ce qui impose au problème des contraintes temporelles fortes non présentes dans d'autres problèmes d'ordonnancement. Cette thèse propose d'appliquer le mode de pilotage réactif à ces installations fortement contraintes. Après avoir démontré l'impossibilité d'une telle approche, parce qu'elle ne permet pas d'assurer la qualité

des traitements appliqués aux produits, les auteurs proposent une nouvelle solution au problème par l'utilisation couplée d'un ordonnancement réactif donnant la flexibilité recherchée et un ordonnancement prédictif assurant la qualité des produits. Cette thèse se termine par deux applications connexes à ce problème : la définition de la topologie d'une installation de traitement de surface à l'aide d'un algorithme générique et l'aide au lancement des produits dans une telle installation. La validation du concept scientifique développé a été réalisée dans un premier temps par simulation de flux. Le réalisme de la solution proposée a été montré par le déploiement de ces travaux au niveau industriel.

[http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/53/32/99/PDF/these\\_etienne\\_chove\\_manuscrit.pdf](http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/53/32/99/PDF/these_etienne_chove_manuscrit.pdf)

## **ÉLABORATION ET ÉTUDE DE L'ENDOMMAGEMENT DE DÉPÔTS COMPOSITES OBTENUS PAR PROJECTION DYNAMIQUE PAR GAZ FROID («COLD SPRAY») : APPLICATION AUX CONTACTS ÉLECTRIQUES**

*Thèse soutenue par Gilles Rolland le 29 juin 2010 à PARISTECH*

Les contacts électriques, utilisés dans les contacteurs et les disjoncteurs, sont des composants fortement sollicités dont le comportement influence la durée de vie des appareils. Les pastilles de contacts électriques, en matériaux composites à matrice d'argent, sont actuellement élaborées par des opérations classiques de métallurgie des poudres avant d'être assemblées par soudage sur des supports contacts. Un procédé envisagé pour le remplacement de la méthode classique d'élaboration est celui de la projection dynamique par gaz froid communément appelé cold spray. Dans ce procédé, des particules de poudre sont accélérées au moyen d'une tuyère de Laval avant d'aller s'écraser sur un substrat en formant un dépôt par empilement. L'objectif de ce travail est de démontrer le potentiel de ce procédé pour la réalisation de contacts électriques. La démarche retenue s'appuie sur le triplet élaboration, caractérisation et simulation numérique. La souplesse du procédé cold spray a rendu possible l'élaboration d'une large gamme de microstructures composites en ayant optimisé au préalable la projection de la matrice d'argent. La caractérisation de ces microstructures a été menée à différentes échelles, notamment fine pour quantifier la porosité par microtomographie et très fine pour élucider les mécanismes interfaciaux d'adhésion et de déformation survenant lors de l'impact par microscopie électronique en transmission.

Ces investigations poussées sont nécessaires pour comprendre le comportement de la matrice d'argent dans un premier temps. Les dépôts composites font l'objet d'études complémentaires, les données disponibles dans la bibliographie étant rares. D'un point de vue plus macroscopique, les microstructures ont été éprouvées par des moyens d'essais classiques ou développés pour les besoins de cette étude en s'appuyant notamment sur les effets engendrés par une impulsion laser. Parallèlement, des calculs par éléments finis ont permis de mieux comprendre les phénomènes induits par un tir laser et donc, par extension, par un arc électrique. Pour compléter cette démarche, une simulation numérique originale basée sur un modèle d'empilement faisant appel à la morphologie mathématique propose de relier microstructure réelle et microstructure simulée, le but étant de prévoir la morphologie d'une microstructure uniquement à partir de la caractérisation de quelques particules.

L'ensemble des résultats obtenus a permis d'identifier les facteurs dont dépendent les propriétés d'un dépôt (granulométrie des poudres, taille de grains,...) et ainsi de choisir des microstructures en vue de la réalisation de contacts électriques. L'endurance de prototypes de contacts fabriqués par cold spray a été déterminée sur banc d'essais de contacteurs industriels. Elle a été montrée comme largement compétitive avec celle des contacts industriels actuels réalisés par métallurgie des poudres classiques.

[http://pastel.archives-ouvertes.fr/docs/00/58/43/19/PDF/these\\_Grolland-1.pdf](http://pastel.archives-ouvertes.fr/docs/00/58/43/19/PDF/these_Grolland-1.pdf)

# INNOVATIONS

## UN ESSAI DE NANOINDENTATION POUR ÉVALUER LE FLUAGE

C'est ce que permet le Nanoindenteur G200 de la société Agilent Technologie. Cet appareil peut être utilisé pour l'évaluation du module d'élasticité et de la dureté en conformité avec l'ISO 14577, il autorise également des mesures de déformation sur plusieurs ordres de grandeur depuis les nanomètres jusqu'aux millimètres. Il est complété par un dispositif « haute température » qui permet une utilisation jusqu'à 350°C. Divers articles montrent que ces mesures ont été appliquées avec succès pour l'évaluation des propriétés à chaud, incluant le fluage, de dépôts d'étain, d'alliages d'aluminium et d'époxy. L'intérêt de ce type de mesure est de permettre la réalisation de cartographies des propriétés de fluage

<http://www.agilent.com/about/newsroom/presrel/2011/29nov-em11126.html>

## DÉPÔT DE NANOPARTICULES

La société Allemande ItN Nanovation fabrique des nanoparticules et utilise des procédés de mise en œuvre qui en limitent l'agrégation, ce qui permet ainsi de combiner et conserver leurs propriétés particulières. Cette société produit ainsi différents revêtements qui sont mis en œuvre par aspersion ou immersion. En particulier, le Nanocomp MC à base de nitrure de bore qui est utilisée avec succès sur des moules de fonderie pour les métaux non ferreux et qui permet de résister à l'abrasion du liquide à haute température, tout en conférant des propriétés d'anti collage qui permettent d'éviter l'utilisation du graphite. Cette société vient en collaboration avec la société russe Rustano, de réaliser des essais qui s'avèrent très positifs pour le fondeur russe Irkaz.

<http://www.itn-nanovation.de/main.asp?page=home>

## MICROPONCEUSE A JETS ROTATIFS A HAUTE VITESSE (0 à 10000 tours par minutes)



Le principe de l'invention consiste à utiliser la pression d'un jet droit unique de microsablage et à le diviser en microjets qui sont eux mêmes mis en rotation à très grande vitesse. On obtient alors un disque d'air comprimé de plusieurs centimètres d'épaisseur, dans lequel tournoie une quantité très faible de poudre abrasive.

Même si tout type d'abrasif peut être utilisé, on utilise plus particulièrement le corindon blanc et la microbille de verre (de granulométrie comprise entre 50 et 80 micromètres), La consommation d'abrasif est extrêmement réduite ; ainsi, à titre d'exemple, pour un débit d'air de 150 litres par minute, elle est de 20 à 50 gramme par minute.

Il est en outre possible compte tenu du principe de fonctionnement d'aug-

menter la pression de travail jusqu'à 7 bar (voire 15 à 20 en adaptant le matériel).

Tous ces éléments conduisent par rapport aux solutions classiques à :

- un meilleur rapport décapage / Finesse de décapage,
- une absence de poussière et donc une meilleure utilisation de la poudre,
- une plus faible consommation d'air et d'abrasif pour un même résultat.

Cet ensemble de caractéristiques et sa très grande facilité d'utilisation y compris sur un bras robotisé en font un outil particulièrement adapté à l'ensemble des marchés du microsablage et en particulier pour :

- le polissage industriel de surface,
- la préparation de supports métallique avant peinture,
- le décapage médical de la peau (microdermabrasion),
- le nettoyage de monuments historiques, œuvre d'art, sculpture.

Email : [jeanchristiandiat@yahoo.fr](mailto:jeanchristiandiat@yahoo.fr)

# REVUE DE PRESSE

## LE CHROME DÉCOR A UN AVENIR BRILLANT

Y. Gevaudan, T. Clarke (*MacDERMID*)

D'après MacDermid qui présente les dépôts de chrome décoratif à partir de bains électrolytiques mettant en œuvre le chrome hexavalent, le revêtement Twilite (chrome faiblement allié) d'aspect plus fumé et plus chaud que le chrome classique dont la tenue à la corrosion est donnée comme aussi bonne que celle des dépôts de CrVI. Il peut se décliner en teintes plus ou moins satinées.

La version chrome noir est dénommée Moonlite. Ces revêtements sont donnés comme s'inscrivant dans le développement durable : CrIII et moindres consommations d'énergie et de matière, lors de la mise en œuvre. Ces dépôts satisfont le test de corrosion dit « Russian mud » en présence de chlorure de calcium. Les auteurs considèrent que ces revêtements sont promis à un fort développement.

*Galvano-Organo, N°807, 2011, pages 39 à 40.*

## LA CORROSION UN FACTEUR DE LA MACRO-ÉCONOMIE

S. Chevalier (*UMR 5209 CNRS*)

La corrosion est estimée en France à 4% du PNB, aux USA 500 kg d'acier sont consommés chaque heure par la corrosion ! Corrosion électrochimique (en milieu humide) et corrosion à haute température (corrosion sèche). Les matériaux les plus performants sont ceux qui ont la faculté de se passiver. On parle d'alliage chromino-formeurs s'ils contiennent plus de 12% de chrome (aciers inoxydables) et aluminino-formeurs avec au moins 5% d'aluminium utilisés en additions avec le chrome pour apporter la résistance à la corrosion à haute température, les additions de Y, Zr, La, Ce, Si, Mn sont favorables. Il y a compétition entre les coûts de la corrosion et ceux de la production de ces alliages. L'auteur développe les constatations de fortes hausses des prix des matières premières avec un record pour le nickel à 55 000 \$/tonne en 2008 (21600 \$/tonne en juin 2010). Le coût de la corrosion est estimé aux USA en 2001 à 279 milliards de \$ /an soit 3,2% du PIB. Avec un coût global induit de 6 à 10% du PIB des pays industrialisés. Les frais de maintenance représentent 50% des coûts. Sur un avion de ligne par exemple, les coûts de maintenance pour lutter contre la corrosion sont estimés à 200 000\$/an soit 10 à 12% des frais de maintenance totaux. Le coût de la corrosion à haute température n'est pas chiffré. L'auteur suggère de développer la formation et la R&D sur ces sujets et d'avoir une approche macro-économique...

*Galvano-Organo, N°807,2011, pages 33 à 35.*

## SOLUTIONS DURABLES RÉSISTANT À LA CORROSION

C. Virion, B. Dingwerth, N. Lang (*ATOTECH*)

Les dépôts électrolytiques de Zn sans cyanure : zinc acide sans acide borique et zinc alcalin sans agents complexants forts ont été développés. Ils permettent d'améliorer les conditions de rejet, les dépôts sont uniformes. Dans le cas du zinc alcalin la production de carbonate de sodium doit être surveillée (<80g/l)

et les apports d'air réduits et éventuellement précipiter le carbonate par un refroidissement de purification à  $T^{\circ} < 4^{\circ}C$ . Les bains de zinc acide sont sans ammonium et sans acide borique (déclaré toxique), avec des additifs pour travailler à des températures élevées. Atotech propose une unité ZpHEX qui sépare les polluants organiques précipités faisant baisser le rendement de dépôt. Les dépôts de zinc alcalin ont une structure cristalline colonnaire à champ orienté, les dépôts de zinc acide sont non orientés. La conversion réagit au niveau des joints de grain. Les différences de cristallisation engendrent des réactions différentes avec le passivant. Un dépôt de zinc alcalin produira une couche de passivation plus épaisse et une meilleure résistance à la corrosion. Les passivations sont à base de Cr III sans cobalt, en développant une passivation iridescente à film épais qui satisfait le test à  $120^{\circ}C$  pendant 24h et après 144h en BS (ISO 9227). Les bains de passivation sont maintenus sans concentration de fer et zinc par une technologie échangeuse d'ions en continu. *Galvano-Organo, N° 806, 2011, pages 58 à 61.*

### LES ACIERS UHLE SÛRS ET PROMETTEURS

Aciers Docol 1000DP à ultra haute limite d'élasticité développés par l'aciériste suédois SSAB contribuant à la baisse de poids des automobiles susceptibles de faire gagner 5% des émissions de gaz à effet de serre. La famille de ces aciers va de 440 à 1400 MPa de résistance (nuances martensitiques, Dual phase, micro-alliés ou à phase complexe). Un exemple est donné pour la fabrication d'une poutre de pare-chocs. La Volvo XC 90 s'est délestée de 25% du poids de ses assises de sièges. Les renforts de ceinture de caisse interne dans les portières de la Fiat Grande Punto ont été réalisés à l'aide d'une barre laminée en acier à 1000 MPa avec une grande aptitude à l'absorption d'énergie en cas de chocs. Ou encore pour un renfort de porte en acier embouti à chaud, remplacé par un renfort mis en forme à froid apportant jusqu'à 50% d'économie.

*Galvano-Organo, N°802, 2011, pages 33, 34.*

### REVÊTEMENT GEOMET 900 OFFRE DE NOUVELLES POSSIBILITÉS DE PROTECTION

Les procédés Geomet (anciennement Dacromet) de type zinc lamellaire présentent de nouvelles formulations GEOBLACK ML et GEOBLACK 500M GEOBLACK KT. Les épaisseurs sont comprises entre 15 et 35  $\mu m$  en 1 ou 2 couches. L'application se fait au trempé suivi d'un séchage et cuisson sans coulures. On cite l'exemple des tubes de remplissage de réservoir d'essence revêtu Geomet 900 avec finition noire par pistelage de l'extérieure.

*Galvano-Organo, N°802, 2011, Pages 38-39.*

### PASSIVATION SANS COBALT DES DÉPÔTS DE ZINC

R. Paulsen, M. Pakrous (ENTHON GMBH ET SAS)

La passivation au chrome VI est remplacée par une « passivation à couche épaisse » à base de Cr III qui dans un premier temps contenait du cobalt très efficace pour assurer la tenue à la corrosion avec choc thermique. Depuis 2010 les substances contenant du cobalt ont été proscrites. Le Co est soupçonné d'être cancérigène et mutagène, de favoriser la reformation de CrVI à partir du CrIII. En contrôlant la réaction de complexage du chrome III on peut obtenir des résistances à la corrosion conformes aux exigences sans addition de Co. Les applications du passivant ont été réalisées à haute  $T^{\circ} > 60^{\circ}C$  et à basse  $T^{\circ}$  ( $40^{\circ}C$ ). La propreté des bains (absence de fer) est critique elle est assurée par des résines échangeuses d'ions. Les différents essais des normes en vigueur ont été réalisés avec succès et offrent des perspectives prometteuses.

*Galvano-organo, N° 802, pages 40 à 45.*

### LA SONOÉLECTROCHIMIE EMPLOYÉE EN TRAITEMENT DE SURFACE.

J-Y Hinch (SONOCHIMIE ET RÉACTIVITÉ DES SURFACES INSTITUT UTINAM FRANCHE-COMTÉ).

Les ultrasons dont l'emploi est bien connu pour le nettoyage des surfaces peuvent être utilisés en irradiation pour la déposition électrolytique et le placage avec un effet sur la dureté et la brillance des revêtements. L'adhérence est améliorée avec des grains plus fins et des contraintes internes réduites.

*Galvano-Organo, N° 805, 2011, pages 55-56.*

### HTM 6/2011 vol 66.

*Ce numéro est largement consacré à la trempe d'éléments en tôle utilisés pour renforcer l'habitacle d'automobiles, conformée à chaud et trempé dans la matrice de conformage.*

### RECHERCHE SUR DES CONCEPTS ALTERNATIFS POUR LES PROCÉDÉS DE MISE EN FORME À CHAUD DES TôLES. (UNTERSUCHUNG ALTERNATIVER ERWÄRMUNGSVERFAHREN FÜR DEN PRESSHÄRTEPROZESS).

Marten and al. (Texte en allemand)

L'étude porte sur les alternatives au chauffage au four des plaques en 22MnB5 destinées à une conformation à chaud. Chauffage par induction, en lit fluidisé, par résistance.

*HTM 6/2011, vol. 66, pages 309 à 315.*

### PROCÉDÉ OPTIMISÉ DE DURCISSEMENT SOUS PRESSE UTILISANT UN DISPOSITIF DE TRAITEMENT THERMIQUE PAR ASPERSION INTÉGRÉ POUR LE TRAITEMENT DE TôLES EN 22MnB5.

(OPTIMISED PRESS-HARDENING PROCESS USING SPRAY COOLING-PROCESS INTEGRATED HEAT TREATMENT OF 22MnB5 SHEET METAL).

M. Diekamp and al. (Texte en anglais)

Les éléments de renfort de carrosserie automobile sont réalisés en tôles de nuance 22MnB5 formés à chaud et trempés dans la presse de conformage avec une matrice refroidie, permettant d'obtenir jusqu'à 1500 MPa. L'étude expérimentale est destinée à déterminer les conditions de refroidissement optimales en fonction des caractéristiques souhaitées éventuellement différenciées sur une même pièce en associant un refroidissement dans l'outil de presse et un refroidissement final par un brouillard afin de gagner en productivité tout en maîtrisant les déformations.

*HTM 6/2011, Vol. 66, pages 316 à 321.*

### L'AJUSTEMENT SUR MESURE PAR REVENU DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES LOCALES DE PIÈCES FORMÉES À CHAUD.

(TAILORED TEMPERING-EINSTELLUNG LOKALER FESTIGKEITSEIGENSCHAFTEN IN WARMUMGEFORMTEN BAUTEILEN).

S. Sikora and al. (Texte en allemand).

Ajustement des propriétés mécaniques par variation des température dans la matrice de formage et trempé.

*HTM 6/2011, Vol. 66, pages 323 à 328.*

### CONDITIONS THERMIQUES DE L'OUTIL POUR OBTENIR DES PROPRIÉTÉS SUR MESURE.

(TOOL THERMAL CONDITIONS FOR TAILORED MATERIAL PROPERTIES).

M. Oldenburg, GG. Lindkvist. (Texte en anglais).

Etude des transformations thermo-mécaniques en vue d'obtenir des caractéristiques variables lors de la conformation - trempe d'éléments en tôle. Le modèle développé est destiné à obtenir des conditions de durcissement différentes selon les conditions de pression et les propriétés d'échange thermique avec la matrice.

*HTM 6/2011, Vol. 66, pages 329 à 334.*

### RECHERCHES SUR LES PARAMÈTRES INFLUENÇANT LES PROPRIÉTÉS THERMIQUES ET DE FROTTEMENT LORS DE L'ESTAMPAGE. (INVESTIGATIONS ON PARAMETERS INFLUENCING THERMAL AND FRICTIONAL PROPERTIES WITHIN HOT STAMPING).

M. Merklein, T. Stoehr, T. Svec, M. Wieland. (Texte en anglais)

Les conditions de contact et de frottement déterminant l'échange thermique entre la pièce et la matrice, les coefficients de frottement selon la température et la pression ainsi que l'usure de la matrice ont été mesurés. L'effet de l'application d'un revêtement de type AlCrN sur la matrice est mesuré, ainsi que l'application d'une couche Al Si sur l'ébauche.

*HTM 6/2011, Vol. 66, pages 335 à 341.*

### ACCROISSEMENT DE LA RÉSISTANCE À LA FATIGUE ET DE LA DURÉE DE VIE PAR ROULEMENT PROFOND À HAUTE TEMPERATURE D'ÉPROUVETTES ENTAILLÉES EN ACIER 4140 (42CRMO4).

(INCREASE OF FATIGUE STRENGTH AND LIFETIME BY DEEP ROLLING AT ELEVATED TEMPERATURE OF NOTCHED SPECIMENS MADE OF

## **STEEL 4140 (42CRMO4).**

**A. Cherif and all. (Texte en anglais)**

Les traitements de mise en compression réalisés à une température relativement élevée (300°C) s'avèrent plus efficaces qu'un traitement réalisé à température ambiante vis-à-vis de l'augmentation de la durée de vie.

*HTM 6/2011, Vol. 66, pages 342 à 348.*

## **APPORT DES REVÊTEMENTS PVD NANOSTRATIFIÉS DANS LES OPÉRATIONS D'USINAGE SÉVÈRE.**

**C. Mendibide, P. Steyer.**

Le comportement de revêtements dit nanostructurés TiN /CrN déposés par PVD (arc cathodique) selon une période de 20 à 40 nm est comparé à des revêtements monocouches sur acier rapide. Ces revêtements présentent des propriétés supérieures aux monocouches grâce à une meilleure répartition des contraintes pour des sollicitations associant usure-percussions, la tenue à l'oxydation est favorisée par le CrN. Ces propriétés sont renouvelées au fur et à mesure de la consommation du revêtement.

*Traitements et Matériaux, N°413, déc. 2011, pages 15 à 20.*

## **PLASMA À PRESSION ATMOSPHÉRIQUE : LE PLASMA 2.0**

**J. Dutroncy.**

Le plasma froid (150 à 200°C) à pression atmosphérique est décrit. Les applications sont destinées au nettoyage des surfaces, à l'amélioration de l'énergie de surface (mouillabilité) et de l'adhésion notamment sur les matières plastiques par le greffage sur la surface de nouvelles fonctions avec un plasma spécifique.

*Traitements et Matériaux, N°413, déc. 2011, pages 21 à 22.*

## **PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE DES REVÊTEMENTS PAR PROJECTION THERMIQUE.**

**E. Weidmann (STRUERS).**

Après avoir décrit les caractéristiques et spécificités des couches obtenues et les difficultés lors des opérations de tronçonnage, enrobage et polissage des recommandations sont données afin de conserver l'intégrité des revêtements à observer.

*Traitements et Matériaux, N°413, déc. 2011, pages 22 à 30.*

## **REVÊTEMENTS DE NICKEL CHIMIQUE ET DE NICKEL CHIMIQUE PTFE.**

**M. Pouletaud.**

Rappel des différents types de dépôts de Ni chimique : bas phosphore (1 à 5% de P) de dureté élevée et plus faible résistance à la corrosion ; moyens phosphore (6 à 8% de P) bon compromis de dureté et résistance à la corrosion ; hauts phosphore (9 à 13% de P) de très bonne résistance à la corrosion. Les structures sont amorphes d'autant plus que P est élevé excluant la corrosion intergranulaire. Les propriétés des différentes catégories sont décrites. Les dépôts composites Ni + PTFE à matrice de Ni et incrustations submicromiques de particules de PTFE sont destinés à des applications en frottement à sec (coefficient de frottement divisé par 2) avec de bonnes résistances à l'usure, à l'adhésion et à la corrosion. Applications sur les moules de thermoformage, et moules pour élastomères.

*Traitements et Matériaux, N°413, déc. 2011, pages 31 à 33.*

## **MAÎTRISE DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES DE COMPRESSION ET DE TRACTION À LA SUITE D'UN DURCISSEMENT SUPERFICIEL APRÈS CHAUFFAGE PAR INDUCTION.**

**A. Fleurentin, F. Lefebvre (CETIM).**

Le mécanisme de formation des contraintes résiduelles lors des traitements superficiels et notamment de la trempe après chauffage superficiel, est rappelé. Les conditions d'apparition de tapures de trempe en fonction du profil, de la trempabilité de l'acier et de la position du point Ms sont explicitées. L'étude porte sur les influences de la genèse des contraintes résiduelles sur l'apparition des tapures pour différentes nuances d'aciers permettant de mettre en évidence lors de la transformation martensitique, la part des effets thermocinétiques liés à la vitesse de refroidissement, à la teneur en carbone et la valeur de la vitesse critique de trempe. La comparaison avec le comportement du fer pur montre qu'une part des contraintes est liée au gradient thermique de refroidissement. La quantité de carbone est responsable de microcontraintes (ordre 2 & 3) et d'une plus grande densité de dislocations assurant

une meilleure stabilité des contraintes résiduelles et une meilleure tenue en fatigue. Ainsi les contraintes résiduelles obtenues sont élevées lorsque les gradients de dilatation (ou thermiques) et thermocinétiques sont élevés. La teneur en carbone considérée du point de vue de sursaturation de la maille quadratique de la martensite ne joue pas un rôle essentiel. Les auteurs se proposent de poursuivre leur étude en regardant l'impact des contraintes résiduelles sur la tenue en fatigue et sur leur stabilité ou résistance à la relaxation.

*Traitements et Matériaux, N°413, déc. 2011, pages 35 à 41.*

## **CÉMENTATION EN PHASE GAZEUSE D'ACIERS INOXYDABLES : APPROCHE EXPÉRIMENTALE ET THÉORIQUE.**

**J. Dulcy (INSTITUT JEAN LAMOUR).**

L'utilisation de la thermogravimétrie et l'analyse d'image associées à la simulation numérique à l'aide des logiciels "Thermocalc" calculant les équilibres chimiques d'alliages jusqu'à 8 éléments et "Dictra" prévoyant la cinétique d'enrichissement permettent de prévoir l'enrichissement d'alliages fortement alliés et polyphasés où règnent des phénomènes de diffusion-précipitation. Cette méthode permet de déterminer les conditions de carburation des aciers inoxydables.

*Traitements et Matériaux, N°413, déc. 2011, pages 43 à 48.*

## **LE PROCÉDÉ PIM : UNE COMBINAISON INNOVANTE ENTRE MÉTALLURGIE DES POUDRES ET INJECTION PLASTIQUE.**

**D. Moinard**

Les différentes étapes du procédé sont décrites de la poudre à l'injection avec les mécanismes mis en jeu et leur importance.

*Traitements et Matériaux, N°412, oct.nov. 2011, pages 26 à 31.*

## **CONTRAINTES RÉSIDUELLES DE COMPRESSION PAR TRAITEMENT DE SURFACE PAR IMPACT.**

**F. Château Y. Bordiec (SONATS).**

Après avoir rappelé le principe du grenailage par US développé par SONATS, l'article aborde les mécanismes de formation des contraintes résiduelles de compression, leur importance et les moyens d'évaluation.

*Traitements et Matériaux, N°412, oct.nov. 2011, pages 26 à 31.*

## **AMÉLIORATION PAR UN PRÉTRAITEMENT MÉCANIQUE DE NANOPENING DES PERFORMANCES DES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES.**

**T. Prézeau and al.**

L'obtention d'une structure nanostructurée par écrouissage contrôlé est maîtrisée afin d'améliorer les mécanismes de diffusion lors de traitements thermo-chimiques d'aciers austénitiques à basse température, de nitruration gazeuse d'aciers à outils et carbonituration d'aciers du type 23MnCr5. On constate un gain en profondeur, une dureté plus élevée et une meilleure homogénéité de la couche.

*Traitements et Matériaux, N°412, oct.nov. 2011, pages 37 à 43.*

## **AMÉLIORATION DE LA DURÉE DE VIE D'OUTILS DE COUPE POUR L'USINAGE DU BOIS À L'AIDE DE LA NITRURATION.**

**J. Cieslik and al.**

Etude de la nitruration ionique d'une nuance 60SiMoV8 comparées à une solution trempée revenue pour réaliser des couteaux d'usinage par déroulage de MDF. Les couteaux ont été nitrurés sur une seule face la face de dépouille reste non traités pour permettre le réaffutage. Une nitruration sans couche blanche d'une dizaine d'heures donne des résultats intéressants.

*Traitements et Matériaux N°412, oct.nov. 2011, pages 44 à 48.*

## **DÉPÔTS RÉSISTANTS À L'USURE POUR NICKEL CHIMIQUE, SYSTÈME EDEN D'ATOTECH.**

Présentation d'un système d'électrodialyse automatisé pour l'extraction des produits de dégradation au travers de membranes soumis à un champ électrique avec contrôle du pH et du nickel qui prolonge la durée de vie du bain.

*Traitements et Matériaux, N°411, août.sept. 2011, pages 15 à 16.*

## **ÉVOLUTION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES DANS LA COUCHE DE DIFFUSION D'UN ACIER MODÈLE FE-CR-C NITRURÉ.**

**S. Jégou.**

Résumé de la thèse présentée par l'auteur, déjà présentée dans ces colonnes. La diffusion d'azote entraîne dans un premier temps la transformation des carbures en nitrures et cémentite avec enrichissement en carbone en avant du front de diffusion conduisant à une nouvelle précipitation de carbures alliés. Pour des profondeurs importantes la précipitation de carbures devient dominante par rapport aux nitrures précipités et conduit à une diminution des contraintes induites. Un modèle de prévisions des contraintes résiduelles en relation avec l'équilibre de composition chimique à une profondeur donnée, a été développé.

*Traitements et Matériaux, N°411, août.sept. 2011, pages 21 à 27.*

### **CONTRAINTES RÉSIDUELLES ET TRAITEMENTS MÉCANIQUES.**

**M. Ducos, A. Fleurentin.**

Les différents moyens de générer des contraintes résiduelles de compression par des moyens mécaniques sont présentés : shot peening - water jet ou cavitation peening – shot peening cryogénique ou shot dry ice – ultrasonic shot peening (UP) – low plasticity burnishing – LPB et deep Rolling – laser peening

*Traitements et Matériaux, N°411, août.sept. 2011, pages 29 à 38.*

### **QUALITÉ DES REVÊTEMENTS : APPORT DES MÉTHODES DE CONTRÔLE NON DESTRUCTIVES ET AUTRES MOYENS DE CONTRÔLE.**

**H. Waszek (CETIM)**

Rappel des différentes méthodes de contrôle non destructif pour mesurer les contraintes, les épaisseurs, la compacité, ainsi que les méthodes émergentes et en développement : tomographie RX, thermographie à excitation contrôlée, émission acoustique, ultrasons pour le contrôle d'adhérence, choc acoustique pour le contrôle d'adhérence, US de surface pour le contrôle du module d'Young.

*Traitements et Matériaux, N°411, août.sept. 2011, pages 39 à 41.*

### **LES POSSIBILITÉS DU COLD SPRAY EN FRANCE.**

**M. Ducos and al.**

Présentation du procédé, de ses avantages et de ses limites. Les principaux acteurs français sont inventoriés

*Traitements et Matériaux, N°411, août.sept. 2011, pages 42 à 48.*

### **CARACTÉRISATION PAR TRACTION LENTE DE L'HYDROGÈNE, DU PHOSPHORE ET DU CARBONE ET DE LEUR EFFET SUR L'ENDOMMAGEMENT.**

**A. Fleurentin J. Favergeon**

1ère partie d'une étude destinée à comprendre les mécanismes de rupture différée imputée à la fragilisation par l'hydrogène de vis à haute résistance en acier 37Cr4. Cette fragilisation est mise en évidence par des essais de traction lente. Les conditions d'élaboration de la vis sont examinées : phosphatation, déphosphatation, traitements thermiques. Des chargements en hydrogène sont réalisés par voie électrolytique afin de mesurer le taux d'hydrogène critique vis-à-vis du risque de rupture fragile.

*Traitements et Matériaux, N°410, mai juin. 2011, pages 27 à 33.*

### **ANALYSE DU CYCLE DE VIE DE PROCÉDÉS DE TRAITEMENT DE SURFACE DES MATÉRIAUX.**

**A. Moign.**

Description d'un modèle d'évaluation de l'impact environnemental d'un procédé prenant en compte l'ensemble des étapes du procédé.

*Traitements et Matériaux, N°410, mai-juin. 2011, pages 34 à 36.*

### **LE CHROMAGE DUR : L'APPORT DU CHROME TRIVALENT.**

**F. Benaben**

La situation du remplacement du chrome hexavalent est décrite. Le CrIII s'est substitué au CrVI pour les dépôts décoratifs, pour les dépôts de chrome dur les différentes solutions envisageables de dépôt à partir de CrIII sont listées, aucune ne donne vraiment satisfaction. L'auteur s'interroge sur la justification d'interdiction du CrVI qui n'est pas décelable après application, les risques liés aux emplois lors de la réalisation du dépôt sont résolus par les précautions faites tout au long du process pour protéger les opérateurs et maîtriser les rejets.

*Traitements et Matériaux, N°410, mai-juin. 2011, pages 37 à 42.*

### **RÔLE DE LA COMPOSITION DE LA POUDRE DANS L'ÉLABORATION DE PIÈCES MÉDICALES PAR FABRICATION ADDITIVE.**

**L. Dembinski, C. Coddet et G. Montavon**

Description de fabrication de prothèse en dentisterie par microfusion laser en 3D sur lit de poudre en remplacement de la fonderie à cire perdue plus usinage dans des alliages base cobalt – 28 à 30% chrome – 5 à 6% molybdène. La poudre est obtenue par un procédé d'atomisation sous argon qui n'affecte pas la composition, les produits obtenus ont une très faible porosité (> 99,5%) le taux de carbone résiduel dégrade les propriétés mécaniques qui provient de l'élaboration de la poudre.

*Traitements et Matériaux, N°410, mai-juin. 2011, pages 43 à 46.*

### **NORMALISATION EN CONTRÔLE NON DESTRUCTIF.**

**R. Lévy (COFREND).**

Le texte présente la démarche d'élaboration des normes et leur importance en matière de compétitivité et d'innovation. Il insiste sur l'importance de la participation et en particulier des PME aux comités de normalisation

*Traitements et Matériaux, N°410, mai-juin. 2011, pages 47 à 48.*

### **AUTOCICATRISATION POUR APPLICATION SPATIALE.**

**A. Perichaud.**

Les matériaux et revêtements polymères sont susceptibles de subir des contraintes conduisant à la formation de craquelures et de fissures qui souvent sont difficiles à détecter et à réparer. L'autoréparation apparaît comme la meilleure solution. L'article, bibliographique détaille les solutions et techniques possibles pour assurer l'autoréparation.

*Galvano-Organo, N°803, 2011, pages 34 à 38.*

### **RECHERCHES SUR LA NITRURATION IONIQUE DES ACIERS AVEC ÉCRANS ACTIFS.**

**(UNTERSUCHUNGEN ZUM PLASMANITRIEREN VON STÄHLEN MIT EINEM AKTIVGITTER).**

**J. Burlacov, H. J. Spies, H. Biermann, S. Köhler, K. Börner (Texte en allemand).**

La nitruration avec écrans actifs est une technique récente qui possède un fort potentiel d'utilisation mais qui nécessite encore la réalisation d'études. Celle qui fait l'objet de l'article donne des résultats pour plusieurs nuances d'aciers et différentes conditions opératoires en relation avec la taille de la pièce. Le potentiel et les limitations de cette technique sont discutés. De plus l'utilisation de la spectrométrie de masse pendant cette étude permet d'apporter une contribution à l'explication des transferts de masse constatés avec ce procédé.

*HTM 3/2011, Vol 66, pages 127 à 134*

### **RAISONS ET FACTEURS INFLUENTS SUR LA DÉFORMATION DANS LA CHAÎNE DE FABRICATION D'UN COMPOSANT EN ALUMINIUM COULÉ SOUS PRESSION.**

**(URSACHEN UND EINFLUSSGRÖSSEN DES VERZUGS IN DER PROZESSKETTE EINES ALUMINIUM-DRUCKGUSSBAUTEILES).**

**G. Karsten, K. Schimanski, A. von Hehl, H.-W. Zoch. (Texte en allemand).**

Après traitement thermique de pièces coulées, des changements dimensionnels peuvent apparaître, qui nécessitent ensuite la réalisation d'opération de redressage. Dans le cadre de cette étude et à l'aide d'une approche orientée système, une recherche a été effectuée sur l'ensemble de la gamme de fabrication. Des étapes critiques ont été déterminées et, sur les pièces, des zones sensibles. Ces travaux ont permis de définir des stratégies permettant d'éliminer le redressage en fin de process.

*HTM 3/2011, Vol 66, pages 182 à 190*

### **MODÉLISATION ET SIMULATION DE L'INFLUENCE DU FLUX DE BOUILLONNEMENT DURANT LA TREMPÉ DANS LES LIQUIDES. (MODELLING AND SIMULATION OF THE INFLUENCE OF FLOW BOILING DURING QUENCHING LIQUIDS).**

**P. Stark, U. Fritshing (Texte en anglais)**

Un modèle multi phases combiné permettant de simuler les fluides et les transferts de chaleur a été appliqué au cas de la trempe d'un échantillon métallique dans un liquide. Le modèle appliqué permet d'étudier la formation des différentes phases d'ébullition (film, transition, nucléation) avec une approche numérique unique.

Les résultats de la simulation des phases de transition dans le cas d'un cylindre sont discutés pour différentes vitesses de fluides et différents liquides de refroidissement. Les caractéristiques du processus de formation de vapeur pendant la trempe et son impact sur le coefficient de transfert de chaleur superficiel sont discutées.

HTM 5/2011, Vol 66, pages 275 à 280

### **CARACTÉRISATION DU POUVOIR DE REFROIDISSEMENT DE L'EAU SOUMIS À DES ULTRASONS POUR LA TREMPÉ DE CYLINDRES D'ALUMINIUM.**

*(CHARAKTERISIERUNG DER ABSCHRECKWIRKUNG EINER ULTRASCHALLUNTERSTÜTZTEN WASSERABSCHRECKUNG VON ALUMINIUMZYLINDERN).*

R. Redmann, O. Kessler. (Texte en allemand).

Lors du refroidissement, il y a formation en surface des pièces de films de gaz. La rupture de cette gaine gazeuse qui ne se fait pas de manière uniforme, induit des différences de vitesses de refroidissement et ainsi des déformations. La mise en œuvre d'ultrasons permet d'agir sur cet aspect du refroidissement. La comparaison de refroidissement avec et sans ultrasons met en évidence les paramètres à considérer et leur influence : température de l'eau, taille de la surface émettrice d'ultrasons, distance entre sonotrode et échantillon. On constate avec les ultrasons une réduction du temps de trempe et potentiellement une meilleure homogénéité de refroidissement.

HTM 5/2011, Vol 66, pages 281 à 289

### **DURCISSEMENT DE SURFACE ÉCONOMIQUE PAR REFROIDISSEMENT PAR ASPERSION.**

*(ECONOMIC SURFACE HARDENING BY SPRAY COOLING).*

T. Gretzki, D. Rodman, L. Wolf. (Texte en anglais).

Dans le cas du traitement par induction en bi-fréquence d'un engrenage, deux types de refroidissement par trempe ont été utilisés : l'une conventionnelle aux polymères ; l'autre par aspersion. Une comparaison a ensuite été réalisée en termes de qualité métallurgique (duretés, analyse micrographiques) et coûts de production.

L'étude montre que les deux méthodes donnent des qualités métallurgiques comparables mais la trempe par aspersion s'avère moins coûteuse. L'étude a permis également de déduire des règles relatives au contrôle des profils de traitement par action sur les pressions d'air et d'eau de refroidissement.

HTM 5/2011, Vol 66, pages 290 à 296

### **NITRURATION ET NITROCARBURATION D'ACIERS INOXYDABLES FERRITQUES.**

*(NITRIERUNG UND NITROCARBURIERUNG NICHTROSTENDER FERRITISCHER STÄHLE).*

H.-J. Spies, G. Schreiber, A. Weidner (Texte en allemand).

La nitruration et la nitrocarburation d'aciers inoxydables ferritiques à des températures inférieures à la précipitation de nitrides et carbures de chrome, jusqu'à présent peu utilisée, offre des possibilités pour l'amélioration de leur comportement en usure sans perte de leur excellente résistance à la corrosion.

En prenant l'exemple de l'acier X6Cr17, il est montré qu'il est possible de réaliser des couches de dureté de 1350-1400 HK0,01 constituées de ferrite expansée dans laquelle sont inclus des nitrides et de la cémentite, selon les conditions de traitement. A 490°C les couches de nitrides produites marquent une transition vers des couches plus épaisses, de dureté 1400-1470 HV 0,1, durcies par une précipitation de nitrides de chrome.

L'accroissement de la température à 540°C conduit à une précipitation discontinue de nitrides de chrome dont le résultat est une couche lamellaire fine avec une dureté dans la gamme 1100-1150 HV 0,1.

HTM 5/2011, Vol 66, pages 297 à 304

### **TENDANCES RÉCENTES DE LA RECHERCHE EN REVÊTEMENT ÉLECTROLYTIQUE ET CHIMIQUES DE MÉTAUX ET ALLIAGES.**

*(RECENT TRENDS IN METAL ALLOY ELECTROLYTIC AND ELECTROLESS PLATING RESEARCH : A REVIEW).*

C. Larson, J.R. Smith. (Texte en anglais)

L'article fait une revue des tendances des recherches dans les domaines des dépôts chimiques et électrolytiques de divers alliages métalliques appliquées en vue d'améliorer la résistance à la corrosion, la résistance à l'usure, la dureté, le comportement magnétique et les propriétés catalytiques.

Bien que non exhaustive, cette revue indique des références clés de la période 2008-2011.

Transaction of the Institute of Metal Finishing, Volume 89, Novembre 2011.

### **COMPORTEMENT EN FROTTEMENT DE DÉPÔTS DE CARBONE (DLC) DÉPOSÉ SUR DES ACIERS NITRURÉS IONIQUES.**

*(SLIDING WEAR BEHAVIOUR OF DIAMOND LIKE CARBON (DLC) COATINGS DEPOSITED ON PLASMA NITRIDED STEELS).*

W. Tillmann, S. Momeni, F. Hoffmann. (Texte en Anglais)

Un dépôt DLC exempt d'hydrogène a été déposé sur différents aciers à outils afin d'étudier l'effet du pré traitement du substrat acier sur le comportement à l'usure de revêtements de DLC sollicités en glissement par rapport à des antagonistes non revêtus. La morphologie et les propriétés mécaniques du DLC de même que les effets de la nitruration ionique sur la rugosité de surface et la dureté des aciers ont été étudiés dans le but d'effectuer des corrélations avec les résultats des essais de tribologie. A partir de ces essais, les auteurs concluent que la nitruration ionique sur les aciers du type X 210CrW12 conduit à une diminution importante de l'usure et du coefficient de frottement du dépôt de DLC. De plus, il a été mis en évidence que la nitruration ionique de l'acier conduit également à une diminution de l'usure de l'antagoniste non revêtu. Finalement, les mécanismes d'usure et d'avarie des dépôts de DLC déposés sur les différents aciers ont été comparés entre eux et ont fait l'objet d'une analyse.

International journal of materials research. N°8, vol 102, 2011



Programme disponible à partir du 15 février sur [www.a3ts-congres.fr](http://www.a3ts-congres.fr)

Comité de rédaction : C. Brault, P. Bruchet, C. Leroux, C. Tournier.

**A3TS**

Association de Traitement Thermique et de Traitement de Surface

71 rue La Fayette 75009 Paris

Tél. : 01 45 26 22 35 - 01 45 26 22 36 - Fax : 01 45 26 22 61

[www.a3ts.org](http://www.a3ts.org) - Email : [a3ts@a3ts.org](mailto:a3ts@a3ts.org)