

• REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi - Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la technologie

Département de Génie Mécanique

Mémoire

Présenté pour obtenir

LE DIPLOME DE MASTER

FILIERE : Génie Mécanique

Spécialité : Génie des Matériaux

Par

- Saadi Mahfoud
- Saci Hamadouche

Intitulé

Caractérisation des couches de borures déposées sur l'acier XC38

Soutenu le :

Devant le Jury composé de :

Nom & Prénom	Grade	Qualité	Etablissement
M.Daoud Salah	Prof	Président	Univ-BBA
M.Boubaaya Rabah	MCB	Encadreur	Univ-BBA
M.Djendel Mokhtar	MCA	Co-Encadreur	Univ-BBA
M. Raouache Elhadj	MCA	Examineur	Univ-BBA

Année Universitaire 2021/2022

ملخص

معظم الإخفاقات تأتي من السطح ، سواء عن طريق التآكل ، الصدأ ... إلخ. هناك العديد من الأعمال والأبحاث لتحسين أداء أسطح القطع وإطالة مدة الحياة في مجال الصناعة ، من بين أهم العمليات نجد المعالجات الكيميائية الحرارية. في هذا العمل ، سنحاول التعامل مع مشكلة التآكل والصدأ من خلال المعالجة بواسطة البور (البوردة) لعينات الصلب XC38.

في البداية ، سنناقش النتائج المتحصل عليها بواسطة التحليل المعدني باستعمال المجهر البصري (MO). بالإضافة إلى ذلك استخدمنا مجهر المسح الإلكتروني (MEB)، وفي نهاية تمرير العينات على جهاز قياس الصلابة لمعرفة الفرق في الصلابة.

الكلمات المفتاحية : الفولاذ بالكربون XC38 ، البوردة، الإنتشار، المعالجة الكيميائية الحرارية.

Résumé

La plupart des défaillances proviennent de la surface, que ce soit par corrosion, usure...etc. Il existe plusieurs travaux et des recherches pour améliorer les performances des surfaces des pièces et prolonger la durée de vie dans l'industrie, parmi les procédés les plus importants on trouve les traitements thermo-chimiques.

Dans ce travail, nous tenterons d'aborder le problème de la corrosion et l'usure par un traitement de boruration d'échantillons d'acier XC38.

Dans un premier temps, nous discuterons les résultats apportés par l'analyse métallographique par (MO). En plus nous avons utilisé le dispositif MEB, et à la fin de passer les échantillons sur la microdureté pour connaître la différence de dureté.

Mots clés : acier au carbone, XC38, boruration, diffusion, traitement thermo-chimique.

Abstract

Most of the failures come from the surface, whether by corrosion, wear...etc. There are several works and researches to improve the performance of the surfaces of the parts and prolong the lifespan in the industry, among the most important processes are the thermochemical treatments.

In this work, we will try to address the problem of corrosion and wear by a boriding treatment of XC38 steel samples.

Initially, we will discuss the results brought by the metallographic analysis by (MO). In addition we used the SEM device, and at the end pass the samples on the microhardness to know the difference in hardness.

Keywords: carbon steel, XC38, boruration, diffusion, thermochemical treatment.

Remerciements

Nous remercions ALLAH le Tout-puissant de nous avoir donné le courage, la volonté et la patience de mener à terme ce présent travail.

Une reconnaissance distinguée doit être adressée à mes encadreurs Dr. Boubaaya Rabah et Dr. Djendel Mokhtar, pour leurs aides, supports et conseils qui m'ont permis la réalisation de ce travail de mémoire.

J'adresse mes remerciements à Pr. Daoud Salah de me faire honorer pour présider le jury et à Dr. Raouache Elhadj d'avoir accepté de juger mon travail.

Je tiens également remercier le personnel administratif du département de Génie Mécanique, Faculté des Sciences et de la Technologie à l'université de Bordj Bou Arréridj

Ce travail a été réalisé au laboratoire de génie mécanique (Laghouat). Nous remercions tout d'abord l'ensemble du personnel de l'Université de Laghouat, surtout Pr. Allaoui Omar et Monsieur Radaoune Barkat, pour leur gentillesse et leur accueil, avec qui nous avons eu le plaisir de travailler.

Merci à vous tous.

Dédicace

Je dédie ce travail aux personnes qui nous sont les plus chers :

À mes parents qui m'ont soutenu et encouragé durant ces années d'études.

À mes frères et à ceux qui ont partagé avec moi tous les moments d'émotion que j'ai vécus en faisant ce travail. Ils m'ont soutenu et encouragé avec enthousiasme tout au long de mon parcours.

À ma famille, mes proches et ceux qui m'ont donné amour et vitalité.

À tous mes amis qui m'ont toujours encouragé, et à qui je souhaite plus de succès : Larguet Riad, Belarouci Zinou et Adli Sedik

A tous ceux que j'aime

Chapitre II

Tableau	Titre	Page
II.1	Solubilité du bore dans le fer à différentes températures	14
II.2	Facteurs de fréquence et énergies d'activation de diffusion du bore	16
II.3	Principales caractéristiques des borures Fe ₂ B et FeB	18
II.4	Boruration par la technique des pâtes	22
II.5	Quelques exemples d'utilisation industrielle des pièces borurées	26

Chapitre III

Tableau	Titre	Page
III.1	Composition chimique de l'acier XC38 en pourcentage massique	28

Chapitre IV

Tableau	Titre	Page
IV.1	Composition de poudre utilisée	37
IV.2	Valeurs des microduretés obtenues dans l'acier XC38 sans traitement	40
IV.3	Valeurs de la microdureté obtenue dans l'acier XC18 après boruration	40

Chapitre I

Figure	Titre	Page
I.1	Les quatre mécanismes d'édification d'une couche sur un substrat	3
I.2	Conséquences des traitements mécaniques de surface sur les propriétés des couches superficielles	4
I.3	Variation de la teneur en carbone, microstructure après refroidissement lent et dureté (après trempe) en profondeur de la couche cémentée	6
I.4	Schéma de principe de la pulvérisation	9
I.5	Schéma de principe de dépôt en phase vapeur chimique (CVD), réacteur à paroi chaude	10
I.6	Principe fondamental de la projection thermique	10
I.7	Schéma de principe d'une torche à plasma d'arc	12

Chapitre II

Figure	Titre	Page
II.1	Diagramme d'équilibre du système binaire Fe-B	13
II.2	Représentation schématique des transformations ayant lieu dans l'acier suite à la diffusion progressive du bore dans le substrat	14
II.3	Variation des coefficients de diffusion du bore, du carbone et de l'azote en fonction de l'inverse de la température	16
II.4	Usure enregistrée sur une pièce d'une machine agricole qui a subi différents traitements de surface	26

Chapitre III

Figure	Titre	Page
III.1	Echantillons destinés au traitement de boruration	28
III.2	Trançonneuse de découpage	29
III.3	Polisseuse	29
III.4	Poudre de boruration- creuset cylindrique	30
III.5	Disposition des échantillons à l'intérieur du creuset	30

III.6	Creuset préparé pour introduction dans le four	31
III.7	Four électrique	31
III.8	L'échantillon enrobé pour analyse métallographique	32
III.9	Matériels utilisés pour l'attaque chimique des échantillons avant l'observation métallographique	33
III.10	Microscope optique de type LIECA DMLM	34
III.11	Microscope Electronique à Balayage de type TESCAN VEGA	35
III.12	Dureté Vickers	36
III.13	Les sites testés par micro dureté	36
III.14	Appareille de mesure de microdureté	36

Chapitre IV

Figure	Titre	Page
IV.1	Microstructure de l'acier XC 38 0.39% de carbone (sans traitement)	37
IV.2	Micrographie d'un échantillon d'acier (XC38) boruré avec la poudre (5%NaBF ₄ , 5 % B ₄ C,90%SiC) à température de 950°C pendant 5 heures	38
IV.3	Couche borurée obtenue sur l'acier XC38 par microscopie électronique à balayage en électrons rétrodiffusés	39
IV.4	Epaisseur de la couche de borures obtenue sur l'acier XC38	39

Introduction Générale	01
Chapitre I : Les traitements et les revêtements de surface	02
I.1. Introduction	02
I.2. Classification des traitements de surface	02
I.3. Traitements de surface par transformation Structurale d'origine mécanique ou thermique	03
I.3.1. Transformation structurale d'origine mécanique	03
I.3.2. Transformation structurale d'origine thermique	04
I.4. Traitement par diffusion	04
I.4.1. Traitement par diffusion de métalloïde	05
I.4.1.1. Cémentation	05
I.4.1.2. Boruration	07
I.4.2. Traitement par diffusion de métaux	07
I.4.3. Traitement par implantation et mélange ionique	08
I.5. Traitement de conversion	08
I.5.1. Conversions chimiques	08
I.5.2. Conversions électrochimiques	08
I.5.3. Conversions par voie gazeuse	08
I.6. Les revêtements	09
I.6.1. Revêtements réalisés avec faible effet thermique	09
I.6.2. Revêtements réalisés avec fort effet thermique	11
Chapitre II : Le traitement de boruration	13
II.1. Introduction	13
II.2. Etude du système d'équilibre binaire Fe-B	13
II.3. Formation des couches borurées	14
II.4. Cinétique de croissance des couches borurées	15
II.5. Epaisseur des couches	16
II.6. Les principales caractéristiques des borures de fer	17

II.7. Procédés de boruration des aciers	18
II.7.1. Boruration en milieu gazeux	18
II.7.2. Boruration en milieu liquide	19
II.7.3. Boruration en milieu solide	21
II.7.3.1. Technique des poudres	21
II.7.3.2. Technique des pâtes	21
II.7.4. Autres procédés de boruration	22
II.8. Boruration en milieux solides dans des poudres	22
II.8.1. Les poudres à base de bore	23
II.8.2. Les poudres à base de ferrobore	23
II.8.3. Les poudres à base de carbure de bore	24
II.9. Etude des équilibres thermodynamiques dans le ciment de boruration	24
II.10. Influence du chrome sur les couches borurées	25
II.11. Applications industrielles de la boruration	25
Chapitre III : Procédure expérimentale	28
III.1. Introduction	28
III.2. Acier utilisé	28
III.3. Préparation des échantillons pour la boruration	28
III.3.1. Découpage	28
III.3.2. Polissage	29
III.4. Procédure de boruration	29
III.5. Moyens de caractérisation	31
III.5.1. Enrobage	32
III.5.2. Préparation métallographique	32
III.5.3. Attaque chimique	32
III.5.4. Le microscope optique (MO)	33
III.5.5. La microscopie électronique à balayage	34

III.5.6. Essais de micro dureté	35
Chapitre IV : Résultats et discussion	36
IV.1. Introduction	37
IV.2. Morphologie	37
IV.3. Microdureté	40
Conclusion	41
Bibliographie	43

Introduction

Introduction :

La surface est la partie la plus importante dans l'ingénierie. La plupart des défaillances proviennent de la surface, que ce soit par corrosion, usure ou la fatigue...etc. Il existe plusieurs travaux et des recherches pour améliorer les performances des surfaces des pièces et prolonger la durée de vie dans l'industrie. Il y a plusieurs procédés de traitement pour améliorer la résistance contre les défaillances des pièces, parmi les procédés les plus importants se sont les traitements thermo-chimiques. Aujourd'hui dans le domaine de traitement thermo-chimique il existe plusieurs types tels que la nitruration, la carburation et la boruration. Le traitement de boruration est un processus thermo-chimique de diffusion qui consiste à introduire des atomes de bore à travers la surface en vue de la formation de couches protectrices. Le procédé de diffusion de bore peut s'effectuer dans un milieu solide, liquide, ou gazeux. La boruration est considérée comme un processus important pour protéger les surfaces contre la corrosion, l'usure et pour améliorer la dureté.

Généralement dans la boruration dans un milieu solide les chercheurs utilisent des poudres qui constituent une source de bore, un diluant et un activateur. Dans notre travail nous utilisons comme activateur (NaF et NaBF_4), puis nous étudions l'utilisation de composant séparément.

Afin de mener à bien ce travail, nous avons réparti le plan comme suit :

- Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique sur les traitements et les revêtements de surface.
- La théorie de la boruration est traitée dans le deuxième chapitre.
- Le troisième chapitre est consacré à la description de la procédure expérimentale et les différentes techniques de caractérisation.
- Les résultats expérimentaux et leurs interprétations font l'objet du dernier chapitre.
- Enfin, une conclusion générale récapitule les principaux résultats obtenus.

Chapitre I

Les traitements et les revêtements de surface

I.1. Introduction :

La notion de traitement de surface regroupe tous les procédés industriels dont l'objectif est de conférer à la surface traitée des propriétés physico-chimiques, mécaniques ou géométriques spécifiques. Il peut s'agir d'une simple préparation (rinçage, décapage, dégraissage...), d'un revêtement métallique ou d'un traitement par diffusion ou par transformation structurale. Depuis quelques décennies, ce secteur connaît une grande mutation technologique et des secteurs d'application de plus en plus vastes.

Les traitements et revêtements de surface des matériaux ont un rôle fondamental dans la maintenance préventive et curative des pièces mécaniques.

Leur aspect économique, tant au niveau des pertes directes qu'indirectes, sans oublier le gaspillage en travail et en moyens financiers, est considérable dans la mesure où les deux principales fonctions auxquelles ils répondent : la prévention de la corrosion et celle de l'usure, correspondent dans le monde à un coût qui dépasse les centaines de milliards de dollars [4].

I.2. Classification des traitements de surface :

Il existe de nombreuses façons de classer les traitements de surface, soit par procédés (dépôts électrolytiques ou chimiques, physiques, traitement de diffusion, de conversion ou de transformation structurale, projection thermique, rechargement.), soit par fonction (anticorrosion, décoration, anti usure, isolation thermique...), soit éventuellement par secteur d'application (transport, énergie, mécanique, bâtiment...).

Compte tenu de la grande diversité des techniques utilisées pour la réalisation des traitements de surface et des revêtements, toute approche de classification reste complexe [1].

La manière la plus traditionnelle de classer les traitements de surface est de se placer du côté du substrat métallique et de différencier les mécanismes d'édification des couches selon le résultat métallurgique. On distingue ainsi selon ces critères quatre filières :

- Les traitements de surface par transformation structurale d'origine mécanique ou thermique,
- Les traitements par diffusion,
- Les traitements de conversion,
- Les revêtements.

La figure I.1 schématise les quatre filières de traitements de surface issues de la classification selon les mécanismes d'édification des couches.

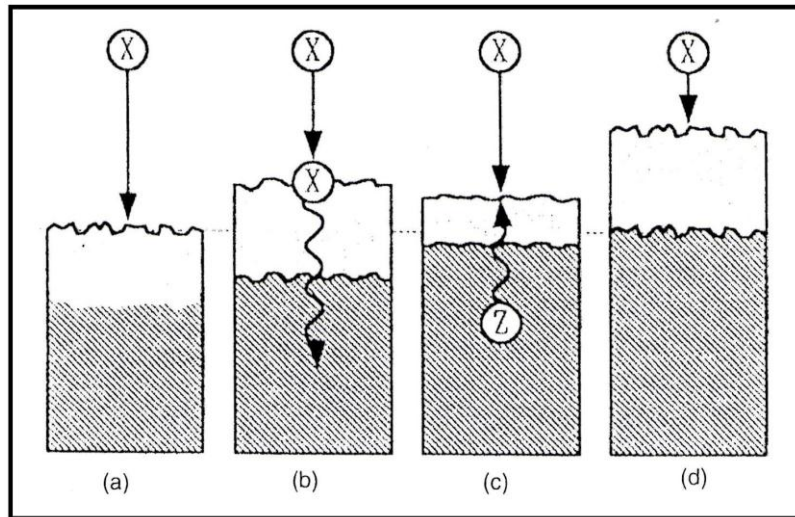


Figure I.1. Les quatre mécanismes d'édification d'une couche sur un substrat

- (a) : traitement par transformation structurale, (b) : traitement par diffusion, (c) : traitement par conversion, (d) : revêtement [2].

L'évolution actuelle des désignations tend à utiliser pour ces différentes filières de traitement de surface un vocabulaire mixte « revêtements, traitements de surface » symbolisé par **RTS**.

Ainsi, sont distinguées sous ce vocabulaire deux grandes classes d'opération suivant qu'il y a un traitement dans la masse de la zone sous-jacente à la surface (traitement de surface) ou un apport (dépôt) sur la surface (revêtement). Les trois premières filières appartiennent à l'ensemble des traitements de surface ainsi définis et la quatrième filière à l'ensemble des revêtements [1].

I.3. Traitements de surface par transformation Structurale d'origine mécanique ou thermique :

Dans cette filière, il n'y a pas de matériau d'apport et seule, la surface de la pièce est modifiée, soit par action mécanique, soit par apport thermique. La finalité de cette filière est d'assurer une augmentation de la résistance mécanique de la surface avec introduction de contraintes résiduelles de compression [1].

I.3.1. Transformation structurale d'origine mécanique :

Sont classés dans cette catégorie les traitements comme le grenailage, le galetage et le choc laser. L'érouissage obtenu par ces différents procédés entraîne une consolidation superficielle du matériau ou une transformation structurale de type martensitique, avec présence de contraintes résiduelles de compression. Il s'agit dans ce cas d'améliorer les propriétés fonctionnelles de tenue à la fatigue dans la masse et à la fatigue superficielle (cas des aciers au carbone et alliages de titane). Il s'agit aussi d'améliorer la tenue à la

corrosion sous contraintes (cas d'aciers inoxydables et des alliages base nickel ou cobalt).

Les applications sont essentiellement d'ordre mécanique, notamment dans l'industrie des transports pour les pièces fortement sollicitées dans la transmission de puissance (utilisation du galetage et du grenailage). On trouve également des applications de cette filière dans la production d'énergie et l'industrie chimique (aciers inoxydables), ainsi que dans l'aéronautique (superalloys de titane) [2].

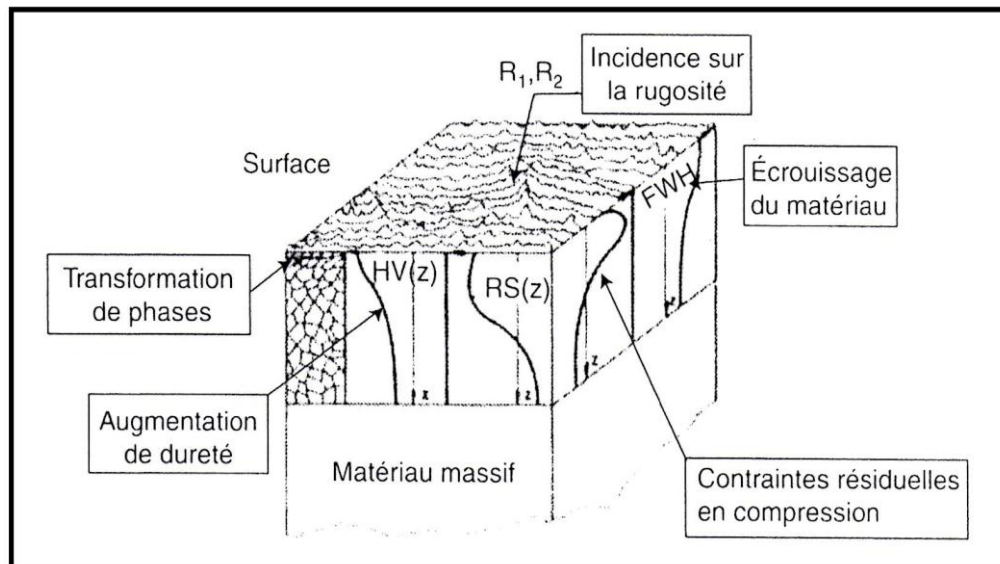


Figure I.2. Conséquences des traitements mécaniques de surface sur les propriétés des couches superficielles.

I.3.2 Transformation structurale d'origine thermique :

Sont classés dans cette filière les traitements d'origine thermique qui sont le résultat d'un apport superficiel d'énergie avec différentes techniques comme le chalumeau oxyacétylénique, l'induction magnétique le laser et le faisceau d'électrons. Ces traitements ont l'avantage de réduire les déformations induites par traitement thermique dans la masse, de diminuer la consommation d'énergie et d'avoir un matériau tenace à cœur et aussi dur que possible en surface.

Les traitements avec transformation structurale d'origine thermique sont appliqués essentiellement sur les aciers au carbone par utilisation de capacités de durcissement de la trempe martensitique. Les applications se situent au niveau de l'industrie automobile pour la transmission de puissance, de la métallurgie et de la mécanique pour les pièces d'usure (cylindres de laminoirs, glissières de machines-outils) [5].

I.4. Traitement par diffusion :

Dans cette filière, le matériau d'apport est un métalloïde ou un métal avec comme finalité, dans le premier cas d'améliorer la tenue à la fatigue et éventuellement la

résistance à l'usure, dans le seconde cas, d'améliorer la résistance à la corrosion ou à l'oxydation. On trouvera également dans cette filière les traitements d'implantation et de mélange ionique qui sont le résultat d'un procédé physique de diffusion.

I.4.1. Traitement par diffusion de métalloïde :

On regroupe dans ce domaine tous les procédés de traitement thermochimique tels que cémentation, boruration, nitruration, oxydation, et les procédés mixtes tels que carbonitruration et oxynitruration. Ces derniers sont actuellement en plein essor notamment dans la mécanique et l'industrie automobile.

Le domaine des traitements thermochimiques est largement utilisé dans l'industrie de la mécanique et notamment l'industrie des transports pour les pièces fortement sollicitées dans la transmission de puissance, ainsi que dans le domaine de l'outillage sollicité également sur le plan mécanique avec des facteurs thermiques et physicochimiques. Il s'agit dans tous les cas d'améliorer les propriétés fonctionnelles de tenue à la fatigue sous toutes ces formes (fatigue dans la masse, fatigue thermique et fatigue superficielle). Certains traitements thermochimiques comme la nitruration peuvent conduire à une amélioration des propriétés fonctionnelles de résistance à l'usure. Certains traitements mixtes comme l'oxynitruration peuvent conduire à une amélioration conjointe de la résistance à l'usure et de la tenue à la corrosion [2].

I.4.1.1. Cémentation :

On appelle cémentation le processus de saturation en carbone de la couche superficielle de l'acier. Le but principal de la cémentation est l'obtention d'une surface dure et résistante à l'usure par enrichissement de la couche superficielle en carbone jusqu'à la concentration de 0.8 à 1.2 % en masse et par trempe ultérieure suivie d'un revenu à basse température. Ce procédé accroît également la limite de fatigue.

La cémentation est appliquée aux aciers à faible teneur en carbone, titrant de 0.1 à 0.18 % C. Pour de grosses pièces on emploie des aciers à une teneur en carbone plus grande variant de 0.2 à 0.3 %. Le choix des aciers est nécessaire pour que le cœur de la pièce non saturé en carbone par cémentation garde une ductilité élevée après trempe [5-6].

La diffusion du carbone dans l'acier n'est possible que lorsque le carbone se trouve à l'état atomique, obtenu, par exemple, par dissociation des gaz contenant du carbone (CO, CH₄, ...). Le carbone à l'état atomique absorbé par la surface de l'acier diffuse vers l'intérieur du métal. L'énergie d'activation de la diffusion du carbone dans le fer α atteint 17 à 20 kcal/mole, et dans le fer γ , 31 à 32 kcal/mole. C'est pourquoi dans la ferrite, la diffusion progresse plus facilement que dans l'austénite. Pourtant, aux

températures de l'existence de la ferrite (au-dessous du point A1), la cémentation ne se fait pas par suite d'une faible solubilité du carbone dans le fer α .

La cémentation est réalisée généralement aux températures supérieures au point AC_3 (920 à 950°C), qui rendent stable l'austénite, dissolvant en quantité le carbone. Pendant la cémentation, les atomes de carbone diffusent dans le réseau du fer γ . Lorsque la limite de saturation de l'austénite en carbone, déterminée par la ligne SE du diagramme Fe-Fe₃C (figure I.3, a), est atteinte, les conditions favorisent la formation à la surface d'une couche de cémentite continue [6].

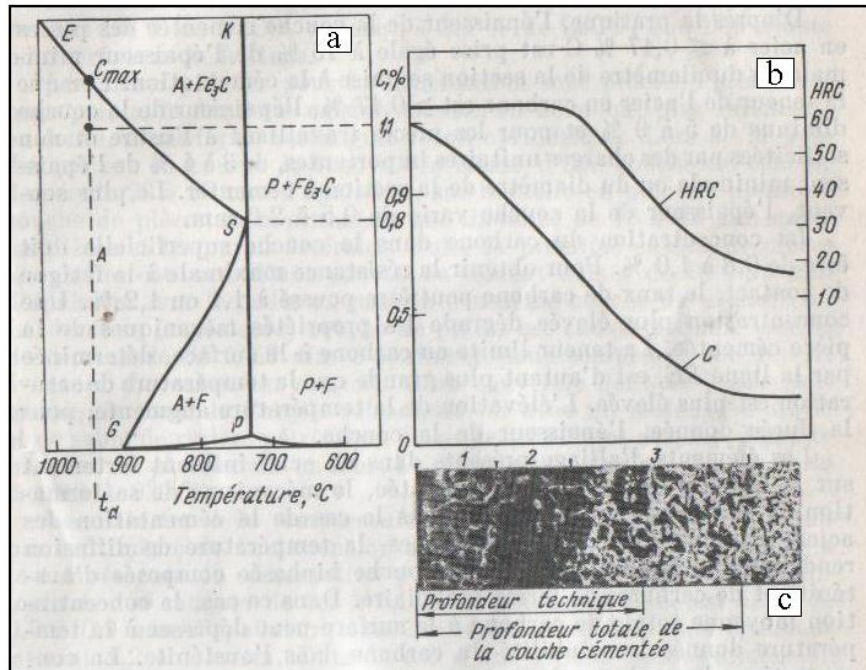


Figure I.3. Variation de la teneur en carbone, microstructure après refroidissement lent et dureté (après trempe) en profondeur de la couche cémentée [5].

Dans les conditions réelles, il est rare qu'on observe la formation d'une couche de cémentite continue à la surface. Dans les conditions courantes la cémentation au-dessus du point Ac_3 ne forme que l'austénite qui se décompose après refroidissement lent en précipitant la ferrite et la cémentite.

La concentration du carbone suivant la profondeur de cémentation (figure I.3, b) varie en diminuant depuis la surface dans le sens du cœur de la pièce. Un refroidissement lent produit dans ces conditions trois zones dans la structure de la couche cémentée (figure I.3, c) :

- Hypereutectoïde constituée de perlite et de cémentite secondaire, formant un réseau suivant l'ancien grain d'austénite ;
- Eutectoïde composée de perlite lamellaire ;

- Hypoeutectoïde constituée de perlite et de ferrite. La quantité de ferrite dans cette dernière zone augmente sans cesse à mesure qu'on s'approche du cœur.

On considère que l'épaisseur de la couche cémentée est égale à la somme des épaisseurs des zones hypereutectoïde, eutectoïde et de la moitié de la zone de transition (hypoeutectoïde) (figure I.3, c). Parfois on admet que l'épaisseur technique de la couche est celle dont la structure après trempe se compose de martensite (95%) + austénite résiduelle.

I.4.1.2. Boruration :

La boruration est un traitement thermo-chimique de surface qui est connu depuis 1895 d'après les travaux de Moisson, et a connu son application industrielle vers les années 70 dans plusieurs pays [7]. Le procédé de boruration consiste à placer les pièces à traiter dans un milieu très riche en bore, puis à les mettre dans des fours à haute température pour faciliter la diffusion de ce dernier et favoriser la formation de borures avec le matériau de base.

Le traitement de boruration peut être appliqué à une très grande variété de matériaux (alliages ferreux, alliages non ferreux à base de Ni, Ti, Co,... et cermets) à cause des bonnes propriétés mécaniques et chimiques apportées aux matériaux traités [8]. En effet, les aciers borurés ont une dureté superficielle élevée qui se maintient à haute température, une bonne résistance à l'usure adhésive et abrasive, et une bonne stabilité chimique à l'attaque par les acides et les métaux fondus (en particulier, le zinc et l'aluminium).

En fonction du milieu contenant la source de bore, les traitements de boruration peuvent être effectués dans un milieu gazeux, liquide ou solide. Le traitement de boruration sera détaillé dans le deuxième chapitre plus que les autres traitements, puisque c'est lui qui va être utilisé dans la partie expérimentale de ce travail.

I.4.2. Traitement par diffusion de métaux :

On regroupe dans ce domaine les traitements de diffusion des métaux comme le chrome ou l'aluminium, pour améliorer la résistance à la corrosion et à l'oxydation des aciers et des alliages base nickel (cas de l'aluminium) ou la résistance à l'action conjointe de la corrosion et de l'usure (cas de la chromisation). Il existe aussi des traitements mixtes de chromaluminisation pour améliorer encore plus la résistance à l'oxydation notamment des alliages base nickel. Ces traitements, déjà relativement anciens car utilisant des techniques d'apport métallique par emploi de ciments solides, sont d'une large diffusion dans l'industrie aéronautique et la mécanique [9].

I.4.3 Traitement par implantation et mélange ionique :

On regroupe dans ce domaine les traitements par faisceaux d'énergie selon lesquels des ions sélectionnés et accélérés sous très basse pression résiduelle à des niveaux d'énergie de l'ordre de la centaine de KV s'implantent au sens strict du terme dans la surface des métaux avec modification de certaines propriétés fonctionnelles comme la résistance au frottement ou la tenue à la corrosion selon la nature des semi-conducteurs (les premiers essais datent de 1954), les applications en métallurgie se sont développées dans les années 80 avec comme principaux domaines la mécanique, les biomatériaux, la transmission de puissance (roulements) et l'outillage (moules pour la plasturgie) [2].

I.5. Traitement de conversion :

Il s'agit d'une filière de traitements pour laquelle le métal d'apport réagit superficiellement avec le substrat pour conduire à une amélioration structurale. Ces traitements sont le résultat, soit d'une attaque chimique, soit d'une oxydation par voie électrolytique ou par voie sèche, soit d'une fonctionnalisation par voie électrochimique ou par plasmas froids.

I.5.1. Conversions chimiques :

Cette filière de traitements est d'une large diffusion car constituée de procédés peu coûteux et faciles à mettre en œuvre. On peut citer comme principaux traitements la phosphatation et la chromatisation sur aciers et alliages d'aluminium, L'oxalation sur aciers inoxydables, le brunissage sur aciers et le mordantage sur alliages de magnésium. On peut également regrouper dans cette filière les traitements par technique « sol-gel » qui s'appliquent au trempé dans des solutions avec ultérieurement gélification de la surface [9].

I.5.2. Conversions électrochimiques :

Cette filière de traitements est également d'une large diffusion dans le domaine des métaux fortement oxydables comme les alliages d'aluminium, de titane, de magnésium et à un degré moindre les aciers inoxydables. Il s'agit de la filière d'oxydation anodique, à laquelle on peut associer la sulfuration en sels fondus et la fonctionnalisation par greffage de différents types de molécules, notamment des molécules organiques, en vue de constituer un « primaire d'adhérence » [10].

I.5.3. Conversions par voie gazeuse :

On va trouver dans cette filière de traitement la coloration par oxydation sèche et la fonctionnalisation des surfaces par plasmas froids [11].

I.6. Les revêtements :

C'est la filière de loin la plus importante puisqu'elle représente plus de 60% du chiffre d'affaires des traitements et revêtements de surface (hors peinture). Le classement des différentes techniques peut se faire, soit par le milieu (liquide ou gazeux), soit par la température (mettant en jeu ou non des phénomènes de diffusion, voire de dilution, entre dépôt et substrat) [2].

I.6.1. Revêtements réalisés avec faible effet thermique :

Sont classés dans cette filière les revêtements obtenus en milieu aqueux (galvanoplastie, déplacement, réduction chimique), en milieu gazeux (PVD, PACVD), ainsi que les techniques de projection thermique.

a- Revêtements réalisés en milieu aqueux :

Il s'agit de la filière comprenant les dépôts réalisés par galvanoplastie, par déplacement et par réduction chimique [12].

b- Revêtements réalisés en milieu gazeux :

Sont regroupés dans cette filière les dépôts physiques en phase vapeur (PVD), chimiques en phase vapeur assistés par plasma (PACVD) et obtenus par projection [13].

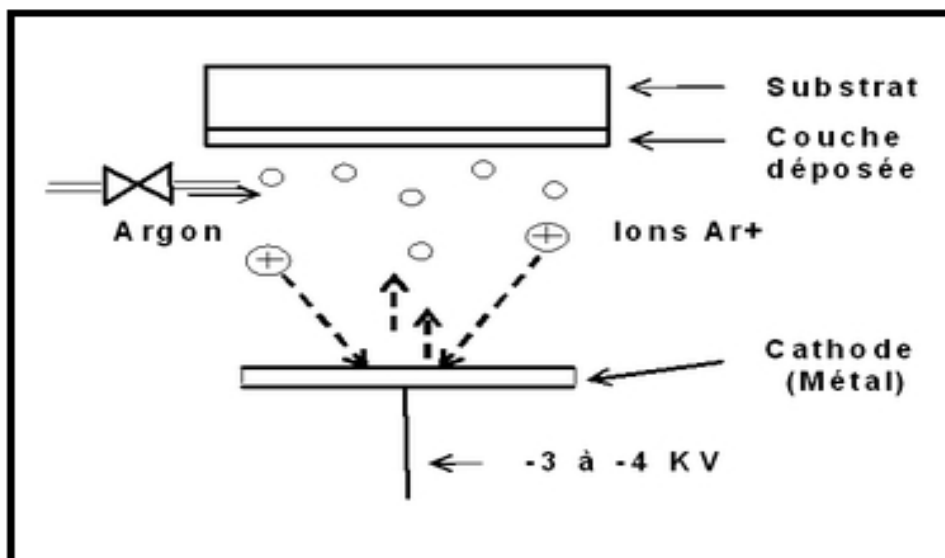


Figure I.4. Schéma de principe de la pulvérisation.

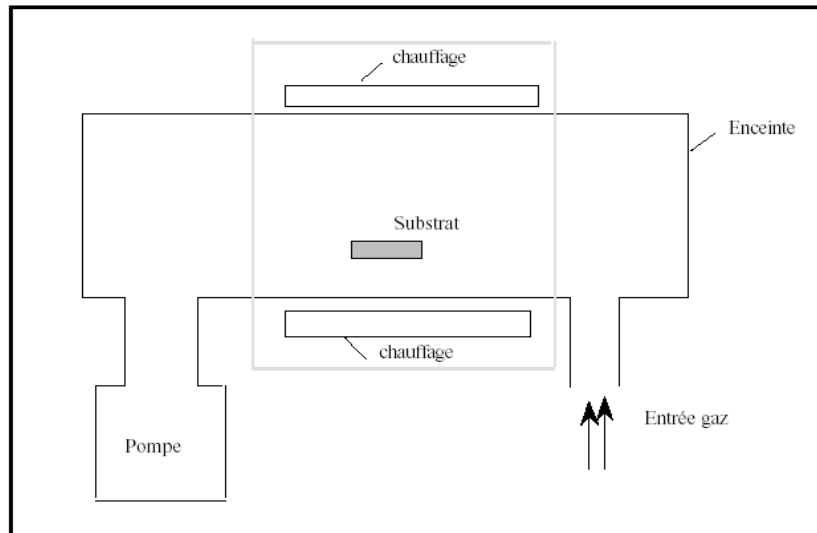


Figure I.5. Schéma de principe de dépôt en phase vapeur chimique (CVD), réacteur à paroi chaude [3].

c- Revêtements réalisés par projection :

Cette filière de traitements regroupe plusieurs techniques d'apport d'énergie thermique au métal du dépôt sous forme pulvérulente pour l'amener à l'état pâteux sur le substrat métallique : chalumeau oxyacétylénique, torche plasma, canon à détonation et dispositif à tir continu (HVOF ou High Velocity Oxygen Fuel). Ces procédés dits de « métallisation » permettent de déposer sur des épaisseurs pouvant atteindre plusieurs centaines de μm , soit des métaux (molybdène, alliages MCrAlY), soit des cermets (mélanges ZC-Co par exemple), soit des céramiques (zircone stabilisée à l'yttrium ou alumine). Les propriétés d'usage visées sont la résistance à la corrosion dans les métaux fondus (zinc, étain et aluminium notamment) [14-15].

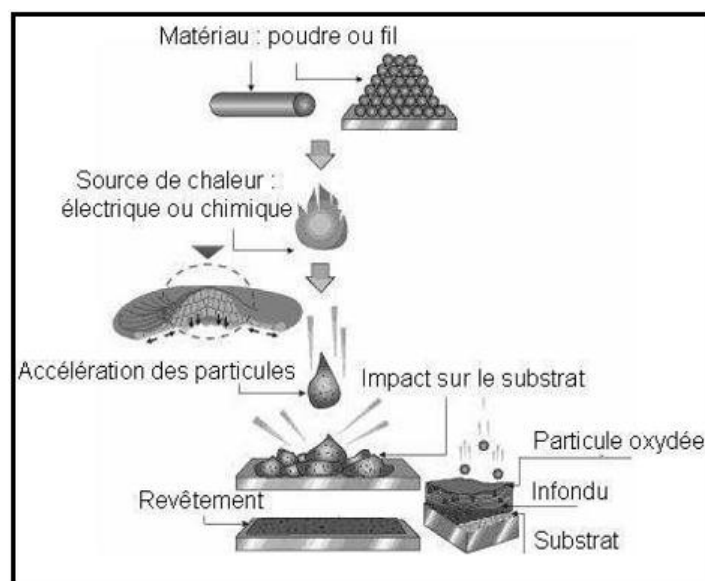


Figure I.6. Principe fondamental de la projection thermique.

I.6.2. Revêtements réalisés avec fort effet thermique :

Sont rassemblés dans cette filière les revêtements réalisés à haute température (au-dessus de 800°C), soit en milieu liquide (bains fondus), soit en milieu gazeux (dépôt chimique en phase vapeur, dépôt par diffusion de bouillies) de façon à réaliser une interdiffusion entre revêtement et substrat. Sont également classés dans ce groupe les revêtements avec déplacement de l'interface par dilution tel que le rechargement par soudure.

a- Revêtements réalisés en milieu liquide :

Il s'agit de revêtements réalisés par immersion dans des métaux liquides (étain, zinc, aluminium) sur de petites pièces, des grandes séries ou traitement en continu (galvanisation, étamage, aluminage de bandes d'acier). L'interdiffusion entre le revêtement et le substrat permet de réaliser des couches avec en surface le métal d'apport et le substrat, des composés définis par le diagramme d'équilibre entre le métal d'apport et le substrat. Des traitements de diffusion réalisés après le dépôt permettent de privilégier ces composés intermétalliques dans le but d'améliorer certaines propriétés comme l'adhérence ou parfois la tenue à la corrosion. Cette filière est d'une large diffusion dans la production et le transport d'énergie, la métallurgie et l'industrie sidérurgique [1-2].

b- Revêtements réalisés en milieu gazeux :

Sont regroupés dans cette filière, les dépôts pour lesquels le déplacement de l'interface avec le substrat se fait par diffusion à l'état solide (dépôt CVD). Il s'agit de revêtements réalisés par décomposition thermique d'une phase vapeur (halogénures) au contact de la surface métallique dans un domaine de température compris entre 800 et 1100°C. L'adhérence du dépôt est très bonne, et cela d'autant plus que le gaz porteur est souvent constitué par l'hydrogène qui élimine tous les oxydes résiduels. De nombreux composés définis peuvent ainsi être déposés sur les matériaux qui supportent des domaines de température aussi élevés : aciers et alliages ferreux, cermets... Les épaisseurs de couches sont comprises entre 3 et 20 µm pour améliorer la résistance au frottement, à l'usure et à l'oxydation. Les domaines d'utilisation de cette filière sont assez nombreux, dans l'industrie mécanique, la forge et l'estampage, la plasturgie et la chimie, la fonderie d'alliages d'aluminium et de magnésium, l'usinage, l'industrie des transports et l'aéronautique [3].

c- Dépôts par rechargement :

Dans cette filière sont regroupés les procédés qui conduisent à un apport de matière sur des épaisseurs de plusieurs mm avec déplacement de l'interface par dilution. Les

techniques utilisés sont celle du soudage : procédés MIG, MAG, TIG, plasma et laser. L'apport de matière se fait par filou électrode enrobés dans les trois premiers cas et sous forme de poudre dans les deux derniers cas. Les épaisseurs de revêtements sont importantes, jusqu'à une dizaine de mm, pour réaliser de véritables multi-matériaux destinés à de fortes sollicitations thermomécaniques dans des ambiances parfois agressives.

Parallèlement à cette technique du rechargement par soudure, on peut signaler l'apport de la métallurgie des poudres pour réaliser des ensembles complexes et multifonctionnels grâce aux techniques de composition à grande vitesse, de compaction isostatique à chaud et de frittage par résistance plasma [16].

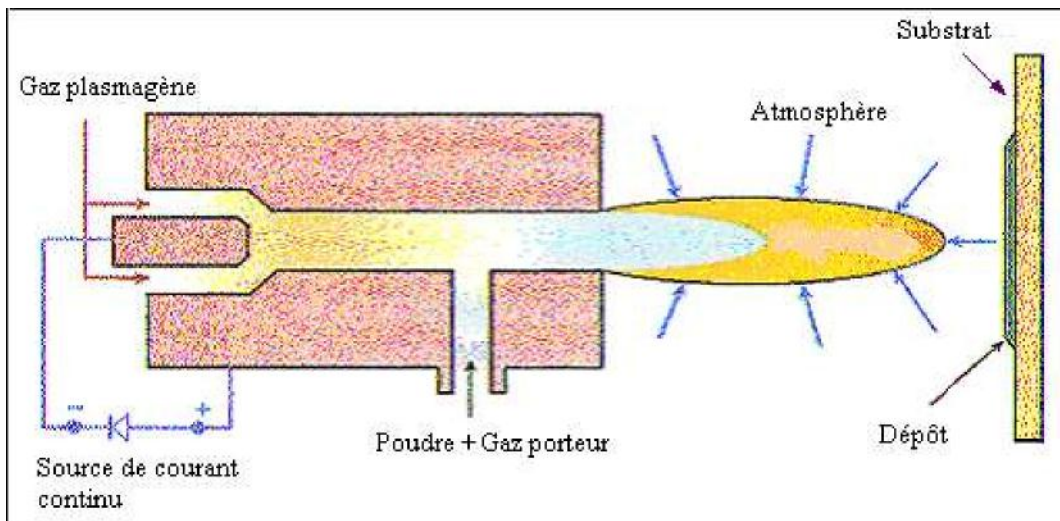


Figure I.7. Schéma de principe d'une torche à plasma d'arc.

Chapitre II

Le traitement de boruration

II.1. Introduction :

La boruration est un traitement thermochimique de surface qui est connu depuis 1895 d'après les travaux de Moisson, et a connu son application industrielle vers les années 70 dans plusieurs pays [17]. Le procédé de boruration consiste à placer les pièces à traiter dans un milieu très riche en bore, puis à les mettre dans des fours à haute température pour faciliter la diffusion de ce dernier et favoriser la formation de borures avec le matériau de base.

Le traitement de boruration peut être appliqué à une très grande variété de matériaux (alliages ferreux, alliages non ferreux à base de Ni, Ti, Co,... et cermets) [8] à cause des bonnes propriétés mécaniques et chimiques apportées aux matériaux traités. En effet, les aciers borurés ont une dureté superficielle élevée qui se maintient à haute température, une bonne résistance à l'usure adhésive et abrasive, et une bonne stabilité chimique à l'attaque par les acides et les métaux fondus (en particulier, le zinc et l'aluminium).

En fonction du milieu contenant la source de bore, les traitements de boruration peuvent être effectués dans un milieu gazeux, liquide ou solide.

Avant de parler des propriétés des couches borurées et les procédés utilisés pour l'obtention de ces couches, nous avons jugé très utile de parler du système d'équilibre binaire entre le Fer et le Bore et les phases constituantes de ce système.

II.2. Etude du système d'équilibre binaire Fe-B :

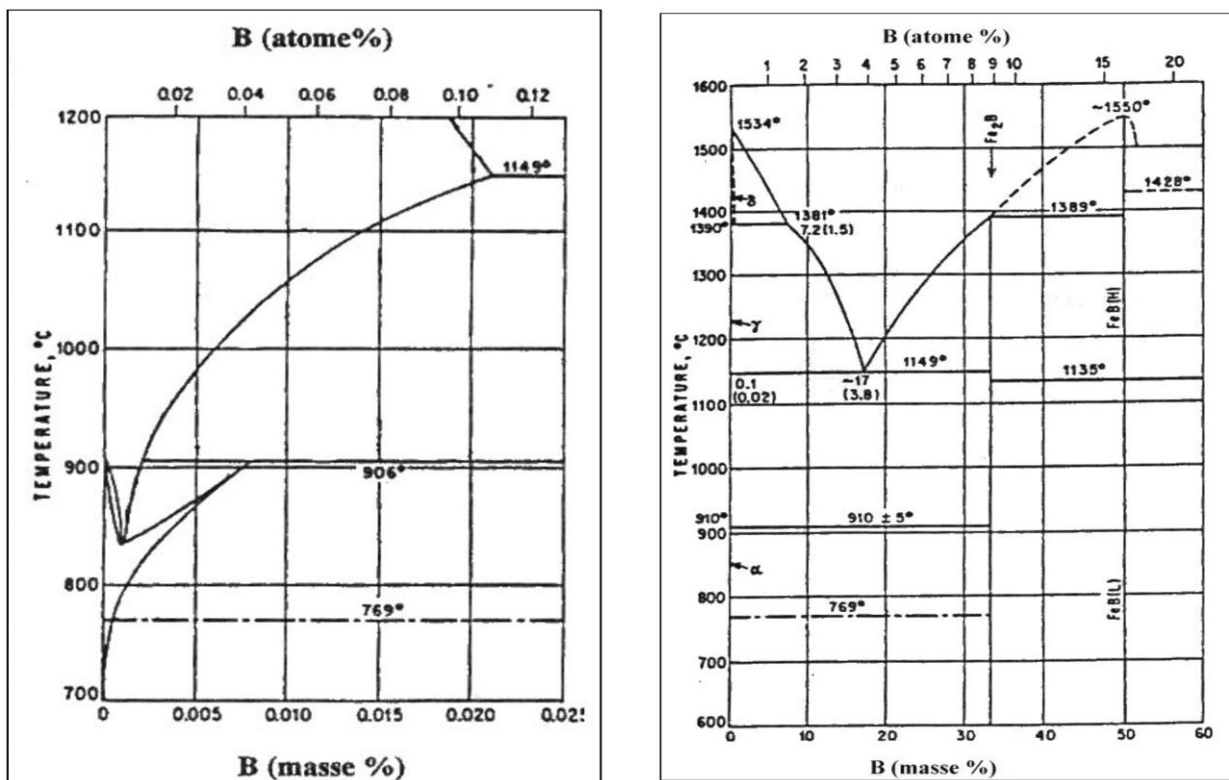


Figure II.1. Diagramme d'équilibre du système binaire Fe-B [18,19].

D'après la figure II.1, on peut signaler les constatations suivantes :

La solubilité du bore dans le fer est très faible, elle est de l'ordre de 2 ppm dans la ferrite à 720°C comme valeur minimale, et de 210 ppm comme valeur maximale dans l'austénite à 1149°C [20]. Le tableau II.1 regroupe les valeurs de la solubilité du bore dans le fer en fonction de la phase et de la température.

Tableau II.1. Solubilité du bore dans le fer à différentes températures [20].

Température (°C)	Bore en solution ppm (par masse)
710 (α)	2
906 (α)	82
906 (γ)	21
1149 (γ)	210

Au-delà des limites de solubilité du bore dans le fer, le bore et le fer forment ensemble les borures Fe_2B et FeB :

Le borure Fe_2B : C'est un composé chimique formé entre le fer et le bore pour une concentration atomique en bore de 33,33 %. Ce même borure Fe_2B forme avec le fer un eutectique à 1149°C (Figure II.1).

Le borure FeB : Ce composé chimique correspond à une concentration atomique en bore de 50 %. Ce deuxième borure FeB n'est stable que sur une gamme de composition chimique extrêmement étroite (Figure II.1).

II.3. Formation des couches borurées :

Selon certain auteurs [21, 22], les transformations ayant lieu dans l'acier suite à la diffusion progressive du bore dans le substrat et conduisant à la formation des couches borurées peuvent être schématisées dans la figure II.2.

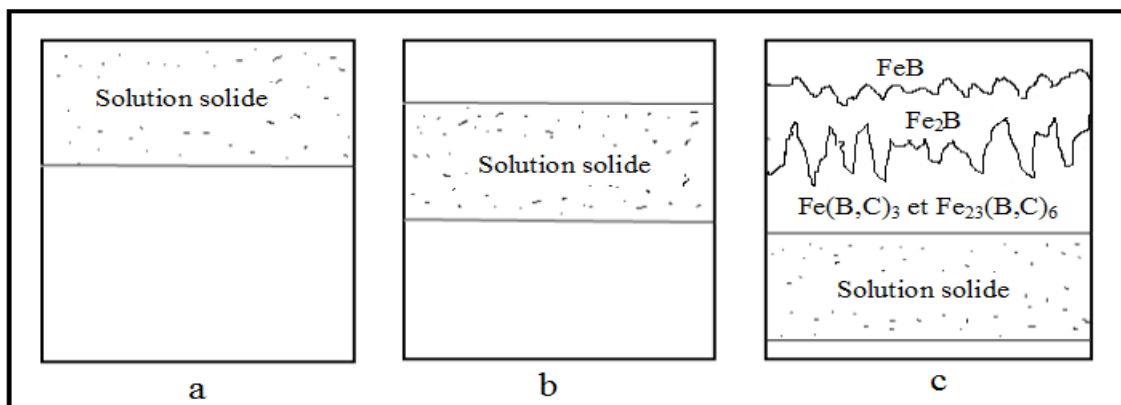


Figure II.2. Représentation schématique des transformations ayant lieu dans l'acier suite à la diffusion progressive du bore dans le substrat.

Sur la figure II.2, on peut constater que la formation des couches borurées sur les aciers est constituée de quatre étapes :

- **Etape 1 :** Les atomes de bore libérés par le milieu de boruration sont adsorbés à la surface du substrat puis entrent en solution dans l'acier (figure II.2a).
- **Etape 2 :** Lorsque la solubilité maximale de bore dans le substrat est atteinte, les borocarbures $(Fe, M)_3(B, C)$ et $(Fe, M)_{23}(B, C)_6^*$ précipitent (figure II.2b).
- **Etape 3 :** Au-delà d'une certaine concentration en bore, les premiers germes de Fe_2B apparaissent sur les points les plus réactifs de la surface de la pièce traitée (rayures, joints de grains, dislocation,...).
- **Etape 4 :** Lorsque la concentration en bore à l'interface milieu de boruration / Fe_2B atteint une valeur critique, des germes du borure FeB commencent à apparaître à la surface du substrat (figure II.2) et les couches borurées continuent à se développer ensuite avec la présence de deux interfaces (FeB/Fe_2B et $Fe_2B/substrat$).

II.4. Cinétique de croissance des couches borurées :

En fonction de technique ou le procédé de boruration adopté, la croissance des couches borurées peut être gouvernée par la déposition du bore atomique à la surface du substrat et/ou la diffusion du bore dans le substrat.

Selon la littérature, certains auteurs [21] ont trouvé que la croissance de FeB et celle de Fe_2B n'obéissent pas aux mêmes lois. En effet, suite à un travail effectué sur des couches borurées élaborées par voie électrochimique, ils ont montré que Fe_2B croît selon une loi parabolique du temps de boruration tandis que FeB suit une loi linéaire du temps. Cette différence a été interprétée comme indiquant que la diffusion du bore contrôle la croissance de la couche de Fe_2B alors que la décharge cathodique de bore contrôle la croissance de la couche FeB .

Pour leur part, Segers et al. [23] affirment que la croissance des couches borurées obtenues par voie électrochimique est initialement gouvernée par la déposition de bore atomique à la surface du substrat, mais une fois qu'une certaine concentration critique de bore est atteinte en surface, le contrôle revient à la diffusion.

Malgré le grand nombre de travaux de recherche sur la boruration des aciers dans différents milieux et avec divers procédés, la littérature scientifique n'est pas riche en données sur la diffusion du bore.

La figure II.3 compare les coefficients de diffusion du bore, du carbone et de l'azote dans le fer à différentes températures. On constate que contrairement à la diffusion du carbone et de l'azote dans les aciers où on enregistre une grande différence entre la diffusion dans le domaine ferritique et le domaine austénitique, la diffusion du bore dans le domaine ferritique est très proche de celle du domaine austénitique.

Le tableau II.2 présente les facteurs de fréquence et les énergies d'activation de diffusion du bore dans le fer, dans un acier à 0,09% de carbone et dans un borure de fer contenant entre 9 et 11,5% de bore.

Tableau II.2. Facteurs de fréquence et énergies d'activation de diffusion du bore [24].

Substrat	Élément diffusant	D_0 (cm ² /s)	Q_d (Kcal./at. g)
Fer Armco	B	$4,8 \cdot 10^{-5}$	13,9
Acier (C=0,09% ; Mn=0,4% ; Si=0,10%)	B	$8,4 \cdot 10^{-5}$	15,3
Borure de fer (9 à 11,5% B)	B	0,71	42,4

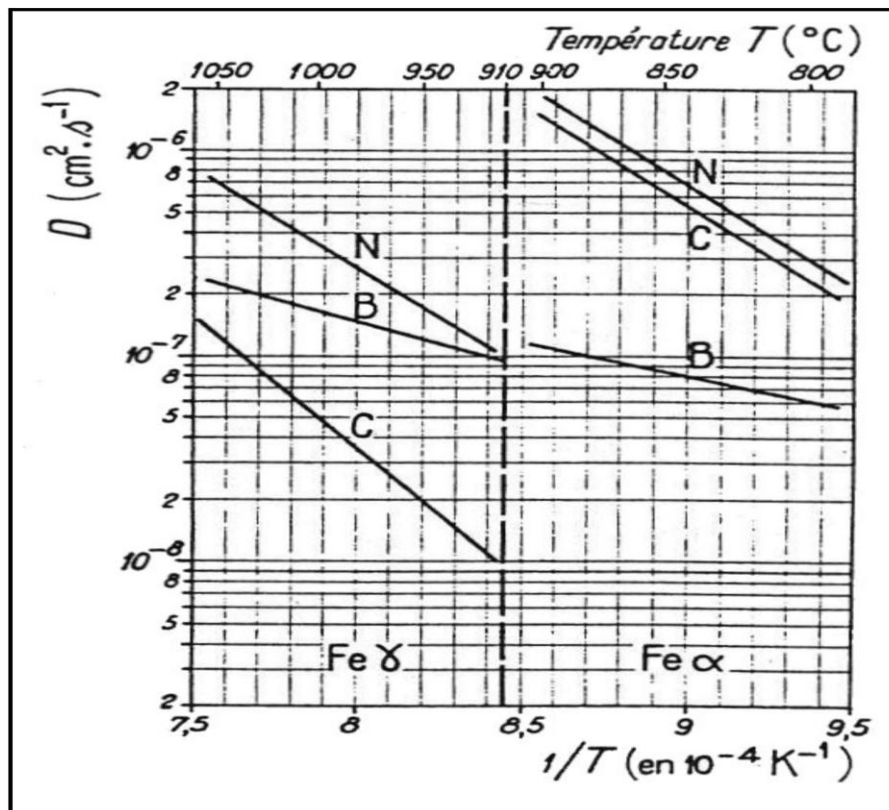


Figure II.3. Variation des coefficients de diffusion du bore, du carbone et de l'azote en fonction de l'inverse de la température [24].

II.5. Epaisseur des couches :

Théoriquement l'épaisseur d'une couche borurée n'est pas limitée. Il suffit d'augmenter la durée et/ou la température de traitement pour obtenir des couches borurées de plus en plus épaisses.

A cause de la grande fragilité des couches borurées, le plus souvent, l'épaisseur de cette dernière est limitée à des profondeurs adéquates aux conditions de travail :

- On se limite à des épaisseurs de l'ordre de 10 à 20 μm pour les pièces mécaniques travaillant dans des conditions de chocs afin d'éviter la fissuration et l'écaillage des couches borurée.
- On peut aller jusqu'à 400 μm pour les pièces subissant une usure par abrasion sans choc.

Toutefois, il faut signaler que lors des traitements de boruration, une surépaisseur d'environ 20 à 25 % de l'épaisseur de la couche borurée est enregistrée sur les pièces traitées. Par conséquent, ce phénomène doit être pris en considération lors des traitements de boruration, en sous dimensionnant les pièces à traiter dès le début.

II.6. Les principales caractéristiques des borures de fer :

Les couches borurées sur les aciers sont connues pour leurs propriétés mécaniques et chimiques particulières :

- La dureté des couches borurées est de l'ordre de 1800 HV pour Fe_2B et 2100 HV pour FeB et elle se maintient même à des températures très élevées.
- Les propriétés tribologiques des couches borurées sont très bonnes. La boruration est utilisée pour l'amélioration de la tenue à l'usure abrasive et est considérée comme un traitement concurrent aux autres revêtements utilisés pour leurs applications tribologiques tels que TiC , TiN ,....
- Les couches borurées présentent une grande résistance au phénomène d'endommagement du type usure adhésive. Le coefficient de frottement, dans les conditions de frottement mixte est $\mu = 0,1 - 0,15$ pour frottement sur acier ou sur alumine [17].
- Dans le domaine nucléaire, ces couches présentent un intérêt important lié aux propriétés neutroniques du bore. Donc ces couches peuvent être utilisées comme absorbant sous forme massive [25].
- Les couches borurées ont, d'une manière générale, une stabilité chimique très remarquable ce qui les laisse très envisageables dans les différents milieux agressifs. Dans beaucoup de travaux, les couches borurées ont montrés une bonne résistance à l'attaque par la plupart des acides et des bases (HCl , H_2SO_4 , H_3PO_4 , NaOH , KOH ,...).
- A cause de la grande différence entre les coefficients de dilatation des couches borurées et de l'acier, lors du refroidissement après boruration, il apparaît des contraintes internes très intenses qui peuvent conduire à des fissures à la surface borurée.
- La rugosité des couches borurées est de l'ordre de 2 à 4 μm pour les surfaces polies et de 4 à 6 μm pour les surfaces rectifiées.

Les principales caractéristiques physico-chimiques et mécaniques des borures Fe₂B et FeB sont présentées dans le tableau II.3.

Tableau II.3. Principales caractéristiques des borures Fe₂B et FeB.

Propriété	Fe ₂ B	FeB
Température de fusion (°C)	1390	1550
Température de Curie (°C)	742	325
Densité (g/cm ³)	6.75	7.43
Coefficient de dilatation thermique entre 20 et 900 °C (10 ⁻⁶ °C ⁻¹)	11.53	8.6
Conductibilité thermique (W/cm °C)	0,2-0,3	0.1-0.2
Résistivité électrique (μΩ cm)	10	20
Module d'élasticité (GPa)	590	285-295
Dureté (HV)	1800-2000	1900-2100

II.7. Procédés de boruration des aciers :

Le bore qui diffuse à travers la surface des matériaux traités peut être apporté par une réaction chimique ou électrochimique entre un milieu contenant du bore et le matériau. Ce milieu peut être gazeux, liquide ou solide (poudre ou pâte). Ces différentes voies de boruration ont fait l'objet de plusieurs recherches, et chacune de ces voies présente des avantages et des inconvénients. Dans ce paragraphe, nous présenterons les principales méthodes utilisées pour la boruration des aciers.

II.7.1. Boruration en milieu gazeux :

La boruration en milieu gazeux s'effectue par la décomposition ou la dissociation thermique des composés volatils de bore. Les composés les plus utilisés dans ce procédé sont le diborane (B₂H₆), les halogénures de bore (BF₃, BCl₃, BBr₃,...) et les composés organiques du bore ((CH₃)₃B, (C₂H₅)₃B,...).

a- Le diborane :

Généralement le diborane est utilisé sous forme d'un mélange « diborane-hydrogène » pour pouvoir obtenir des couches borurées de qualité satisfaisante [26]. Le rendement de transfert de bore du milieu gazeux au substrat peut être amélioré par l'incorporation d'un dispositif de bombardement ionique dans l'enceinte de boruration [27]. Toutefois, le diborane reste peu utilisé en raison de sa toxicité et de son inflammabilité.

b- Les halogénures de bore :

La boruration avec le tri chlorure de bore (BCl_3) ou le tri bromure de bore (BBr_3) s'accompagne d'une corrosion importante de l'acier traité, ce qui conduit généralement à des couches non compactes [28].

c- Les composés organiques du bore :

Les composés organiques les plus utilisés sont le tri méthyle de bore $(\text{CH}_3)_3\text{B}$ et le tri éthyle de bore $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{B}$. Ces composés étant riches en carbone, leur utilisation provoque concurremment une cémentation des aciers traités, ce qui a pour effet de réduire la qualité des couches superficielles obtenues [29].

En général, les couches borurées produites sont uniformes et ont un très bon état de surface, ce qui rend l'opération de nettoyage des pièces traitées inutile.

Malgré les avantages que présente la boruration en milieux gazeux, ce procédé n'a pas connu un grand succès à l'échelle industrielle à cause des problèmes sus-cités.

II.7.2. Boruration en milieu liquide :

La libération de bore naissant à la surface de la pièce traitée nécessite la réduction chimique du composé porteur de bore. Cette réduction peut s'effectuer soit par voie électrochimique sous une tension appliquée soit par voie chimique par l'addition d'un agent réducteur au bain de boruration.

Les sels utilisés dans les traitements de boruration avec ou sans électrolyse ont été abondamment décrits par plusieurs chercheurs [30-31].

a - Boruration électrochimique dans des sels fondus :

Les électrolytes les plus utilisés dans ce procédés sont généralement à base de tétra borate de sodium (connu sous le nom borax: $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) ou de tétra fluoroborate de potassium (KBF_4).

Du borax pur ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) et du tétra fluoroborate de potassium pur (KBF_4) ont été utilisés avec succès. Toutefois, des fluorures et des chlorures alcalins sont généralement ajoutés aux composés de base, dans le but d'améliorer les propriétés physico-chimiques des bains de boruration (température du liquidus, viscosité, conductivité électrique,...).

La composition chimique du bain de boruration est choisie en fonction de la température d'utilisation :

- Les électrolytes à base de KBF_4 sont utilisés pour des températures comprises entre 600 et 850°C.
- Les électrolytes à base de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ sont utilisés pour des températures variant de 800 à 1050°C.

Dans tous les cas recensés, la boruration électrolytique a donné lieu à des couches borurées biphasées.

b - Boruration thermochimique dans des sels fondus :

Le mécanisme de boruration dans des sels fondus présuppose la formation d'une cellule galvanique où le substrat joue le rôle de cathode et les fines particules de l'agent réducteur en suspension dans le bain jouent le rôle de micro-anodes.

Selon ce mécanisme, étudié en détail par Lyakhovich [32], la boruration n'a lieu que si et seulement si le potentiel de la surface de la pièce traitée est supérieur à celui de l'agent réducteur.

Sur la base de la théorie sus-citée, plusieurs métaux et substances chimiques peuvent jouer le rôle de l'agent réducteur qui permet d'obtenir le bore atomique nécessaire dans tous les traitements de boruration. Les agents réducteurs les plus utilisés sont :

- **L'aluminium** : La grande affinité de l'aluminium pour l'oxygène rend cet élément apte à réduire le bore qui est présent sous forme d'anhydre borique (B_2O_3) qui se forme après la dissociation thermique du borax.

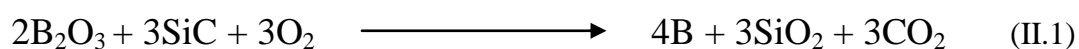
Ce genre de réducteur conduit généralement à des couches borurées biphasées (Fe_2B+FeB) ayant une épaisseur assez satisfaisante. Toutefois, il faut signaler que tous les bains constitués du borax et d'aluminium sont caractérisés par une viscosité très élevée, ce qui gêne d'une façon très remarquable le processus de boruration jusqu'à le bloquer dans certains cas.

Parfois, de la cryolite (Na_3AlF_6) ou certains sels neutres sont ajoutés au bain de boruration pour en réduire la viscosité et redémarrer le processus.

- **le carbure de bore** : Le carbure de bore est l'agent réducteur le plus utilisé dans les traitements de boruration dans des sels fondus à base de borax.

La proportion de carbure de bore dans le borax ne doit pas dépasser 40% par masse afin d'éviter que le bain ne devienne pâteux et n'entraîne une boruration non uniforme de la surface traitée.

- **le carbure de silicium** : Le carbure de silicium (SiC) est utilisé lorsqu'on désire produire une couche borurée monophasée (Fe_2B). La réaction de l'anhydre borique résultant de la dissociation thermique montre clairement que la présence d'oxygène en quantité suffisante est nécessaire à la libération de bore atomique (équation II.1).



La proportion du carbure de silicium dans le bain de boruration est aussi limitée à 35% par masse afin de maintenir sa viscosité à un niveau acceptable.

- **Autres agents réducteurs** : D'autres agents réducteurs différents de ceux cités dans le paragraphe précédent à base de ferro-alliages ou de carbures (le silicium, le calcium-silicium, le ferro-silicium, le ferro-manganèse, le carbure de calcium et la poudre de bore) ont également été utilisés par plusieurs chercheurs. En particulier, le carbure de calcium a donné des résultats plus que satisfaisants, mais l'explosivité de ce produit a limitée son utilisation.

II.7.3. Boruration en milieu solide :

II.7.3.1. Technique des poudres :

En raison de sa simplicité et de la propreté des pièces qu'elle produit, la boruration dans des poudres est la technique la plus utilisée actuellement dans la plupart des pays industrialisés. Cette technique consiste à emballer les pièces à traiter dans des caisses en acier remplies de poudre de boruration, puis à chauffer ces caisses dans des fours à moufles. Les poudres de boruration ayant généralement une mauvaise conductibilité thermique, des temps relativement importants doivent être imparties à l'homogénéisation de la température. Le principe de ce procédé et les différentes poudres utilisées dans cette technique seront décrites dans le paragraphe II.8.

III.7.3.2. Technique des pâtes :

Cette technique est surtout utilisée pour les borurations partielles et pour la boruration de grosses pièces qui sont difficiles à traiter par la technique des poudres. Les pièces à borurer sont couvertes de pâte de boruration puis chauffées par induction ou par effet Joule ou enfournées dans des fours conventionnels.

Dans le cas d'une boruration partielle, les zones à ne pas borurer sont protégées par des dépôts électrolytiques de cuivre ou d'autres produits qui empêchent la diffusion du bore et inhibent la corrosion à haute température.

Les pâtes de boruration se composent de deux constituants :

- Un constituant solide contenant une source riche en bore (carbure de bore, ferrobore, bore amorphe), un activateur (cryolite ou fluoroborates) et un diluant inerte (alumine ou carbure de silicium).
- Un liant liquide de nature organique (méthyle cellulose ou nitrocellulose dissoute dans l'acétate de butyle).

Tableau II.4. Boruration par la technique des pâtes [21].

Milieu de boruration	Température de boruration (°C)	Temps de boruration (h)	Epaisseur de la couche borurée (µm)	Borures obtenus
50% B ₄ C + 50 % Na ₃ AlF ₆ + liant	1200	2-3 min.	35-125	FeB+Fe ₂ B
45% B ₄ C + 55 % Na ₃ AlF ₆ + liant	950	4	120	FeB+Fe ₂ B
80% (50% Al ₂ O ₃ + 50% B ₄ C) + 20% Na ₃ AlF ₆	800-1050	2-4	30-250	FeB+Fe ₂ B
80% B ₄ C + 20 % Na ₃ AlF ₆	800-1050	2-4	30-250	FeB+Fe ₂ B
40-60 % B ₄ C + 60-40 % NaF	1100	0,15	90-120	FeB+Fe ₂ B
95 % B + 5 % MgF	950	1,5	85	Fe ₂ B
60 % B + 40% Na ₂ B ₄ O ₇ + liant	750-950	0,5-2	15-200	FeB+Fe ₂ B

II.7.4. Autres procédés de boruration :

D'autres procédés de boruration en plus que ceux déjà décrits précédemment sont également employés pour réaliser des couches borurées sur des aciers ou d'autres substrats. Parmi ces procédés on peut citer :

- Boruration dans un lit fluidisé ;
- Boruration par déposition physique en phase vapeur (P.V.D.) ;
- Boruration par déposition chimique en phase vapeur (C.V.D.) ;
- Projection de borures par torche plasma ;
- Boruration à composants multiples ;
- Boruration par bombardement ionique.

II.8. Boruration en milieux solides dans des poudres :

La boruration à base de poudres s'effectue généralement dans des caisses hermétiques et appartient aux traitements thermochimiques de surface basés sur un processus de diffusion. Cette méthode est caractérisée par un contact direct des pièces à traiter avec le ciment de boruration. D'une manière générale, le ciment utilisé dans ce procédé est constitué de trois principaux composants :

- La source de bore « le donneur » : La composante la plus importante et qui doit être très riche en bore, qui après sa libération va diffuser dans la couche superficielle. Les produits utilisés comme « constituant donneur » doivent se présenter, le plus souvent, sous forme de poudres très fines.

- **L'activant** : C'est un composé halogéné qui, après décomposition à haute température et/ou réaction avec la source de bore, assure le transport de l'élément diffusant sous forme d'halogénure volatil.

- **Le diluant** : C'est un composé inerte chimiquement, ajouté au ciment pour empêcher le frittage de ce dernier. Les composés les plus utilisés comme diluant sont l'alumine Al_2O_3 et le carbure de silicium SiC qui sont caractérisés par une température de fusion très élevée. La proportion du diluant dans le ciment doit être toujours supérieure à 50%.

En plus de ces trois constituants, dans certains cas, d'autres constituants complémentaires sont ajoutés au ciment :

- **Le modérateur** : Composé lorsqu'il est allié à la source de bore, permet de contrôler l'activité du bore dans le ciment.

- **Le réducteur** : Composé ajouté en faible quantité pour éviter l'oxydation des principaux constituants au cours de la formation de la couche de diffusion.

En fonction des constituants sus-cité, plusieurs poudres à compositions différentes ont fait l'objet d'études et de recherches en vue de l'optimisation et l'application à l'échelle industrielle.

Dans ce qui suit, nous allons présenter les différentes poudres utilisées dans ce procédé en fonction de la source de bore :

II.8.1. Les poudres à base de bore :

Le bore cristallin ayant une faible activité de surface, les poudres de bore utilisées sont généralement à base de bore amorphe [33]. Cependant, le coût relativement élevé du bore amorphe, et la condition de n'utiliser le bore amorphe que dans des fours sous vide ou sous une atmosphère inerte d'hydrogène ont entraîné une réduction progressive de sa proportion dans les poudres de boruration de ce type.

L'utilisation de chlorure d'ammonium (NH_4Cl) comme activateur avec du bore amorphe [33% B (amorphe) + 65% Al_2O_3 + 2% NH_4Cl] a conduit à une couche borurée de $186\mu m$ pour un traitement de 8 heures à $900^\circ C$.

II.8.2. Les poudres à base de ferrobore :

La boruration dans des poudres à base de ferrobore a connu plus de succès que celle dans des poudres à base de bore amorphe, à cause du coût très favorable. Les couches borurées obtenues dans ces poudres ont souvent une forme dégénérée qui peut affecter leurs propriétés. Cette morphologie particulière a été attribuée à l'action du silicium présent en tant qu'impureté dans le ferrobore (> 1%).

De bon résultats peuvent toutefois être obtenus en contrôlant le degré de pureté du ferrobore ou en y ajoutant de l'alumine (Al_2O_3) et du fluorure de baryum (BaF_2).

Les poudres de boruration à base de ferrobore sont généralement constituées du ferrobore comme source de bore, de l'alumine comme diluant inerte et du fluorure de baryum comme activateur.

L'une des poudres à base de ferrobore proposées pour les traitements de boruration est constituée de : 66% ferrobore + 32% Al_2O_3 + 2% BaF_2 .

II.8.3. Les poudres à base de carbure de bore :

Tout en étant suffisamment riche en bore pour servir de source de bore, le carbure de bore présente l'avantage d'être moins cher que le bore amorphe. Les recherches de base de l'institut allemand « Haretereit Technische Mitteilung » complétées par les travaux de développement industriel accompli par la société « Electroschmelzwerk Kempten » [34] ont abouti à la mise au point de poudre et de granulés à base de carbure de bore qui ont fait leurs preuves en tant qu'agents de boruration. Ces produits qui contiennent également un activateur et un diluant, sont commercialisés sous le nom d'Ekabor (exemple : Ekabor 2 est constitué de 5% B_4C , 5% KBF_4 et 90% SiC).

Les procédés de boruration utilisant des poudres à base de carbure de bore n'ont cessé de se développer, et il est possible actuellement de faire le choix de la nature et de la qualité de la couche borurée (biphasée ou monophasée) voulue en jouant sur la composition chimique de la poudre de boruration.

Beaucoup d'étude sur l'influence de divers activateurs (des chlorures : de sodium, de potassium, et d'ammonium, le trioxyde de bore et le borax) ont montré que tous ces activateurs conduisent à des résultats assez satisfaisants [35].

II.9. Etude des équilibres thermodynamiques dans le ciment de boruration :

Plusieurs types de réactions peuvent être produits à la surface d'une pièce entourée de ciment de boruration et placée dans une caisse activée. Parmi ces réactions, on peut citer :

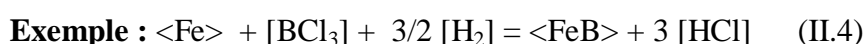
- La dismutation d'un halogénure volatil



- L'échange du donneur avec les atomes du substrat



- La réduction d'un halogénure volatil par l'hydrogène (cas des activateurs halogénures d'ammonium)



L'étude des équilibres thermodynamique dans les ciments de boruration et au contact du substrat, et l'observation des gradients de pressions qui en découlent, permettent souvent de connaître la réaction prépondérante dans un système donné.

D'une manière générale, dans les procédés de cémentation activée dans des caisses, il y a toujours compétition entre :

- D'une part, la diffusion gazeuse des halogénures, qui tend à équilibrer les activités des espèces gazeuses à la surface du substrat et au voisinage du ciment.
- D'autre part, la diffusion en phase solide au sein du matériau traité qui abaisse l'activité de l'élément déposé en surface.

II.10. Influence du chrome sur les couches borurées :

Les recherches effectuées sur la distribution du chrome dans les aciers borurés s'accordent sur le fait qu'un enrichissement en chrome des couches borurées a lieu. La présence de chrome dans la couche borurée modifie sensiblement sa structure et ses propriétés. Les travaux effectués par des chercheurs italiens ont montré qu'en plus de la diminution de l'épaisseur et de la modification de la morphologie, une forte teneur en chrome défavorise la formation de couches borurées monophasées [36]. Lorsque la teneur en chrome de l'acier boruré atteint 13% par masse, la couche borurée s'enrichit d'un nouveau borure indépendant, le borure de chrome CrB.

II.11. Applications industrielles de la boruration :

Généralement, on utilise la boruration chaque fois que l'on doit faire face à des problèmes sévères d'usure, particulièrement d'usure abrasive, ou à des problèmes de corrosion dans des milieux acides ou basiques ou encore dans des métaux fondus.

Subrahmanyam et al [37]. Ont montré que la boruration augmente considérablement la résistance à l'usure adhésive et abrasive des aciers mi-durs. De leur côté, Eyre et Morri [38] ont trouvé que les aciers au carbone et les fontes grises borurés résistent bien à l'usure adhésive. Dans une étude comparative entre la boruration et d'autres traitements thermochimiques de surface (nitruration, vanadisation, carburation,...), Habig [39] a montré que la boruration confère aux aciers la meilleure résistance à l'usure adhésive à long terme.

Pour ce qui est de la résistance aux milieux corrosifs, Bazille [40] a trouvé que la boruration confère aux aciers une bonne résistance à la plupart des acides y compris l'acide chlorhydrique. Tsipa et al. [41] ont montré que les aciers borurés résistent bien à l'acide naphthénique à haute température (650°C) sous des conditions oxydantes aussi bien en phase liquide qu'en phase vapeur. Une bonne tenue dans les milieux basiques ayant un pH variant entre 12 et 14 (exemple : KOH dans l'industrie textile) a été reportée par Lisnikova et Freid [42].

Fichtl [43] juge que la boruration est devenue un traitement conventionnel de durcissement superficiel comme la nitruration et la carburation et qu'elle est appliquée régulièrement dans les industries textile, pétrolière et chimique (guide-fils, tuyaux, brûleurs, becs d'injection,...).

La figure II.4 montre l'usure obtenue sur une pièce mécanique utilisée dans les machines agricoles en fonction du traitement de surface appliquée. Sur la figure, il est facile de constater que la pièce borurée est celle qui a subi le minimum de dégâts.

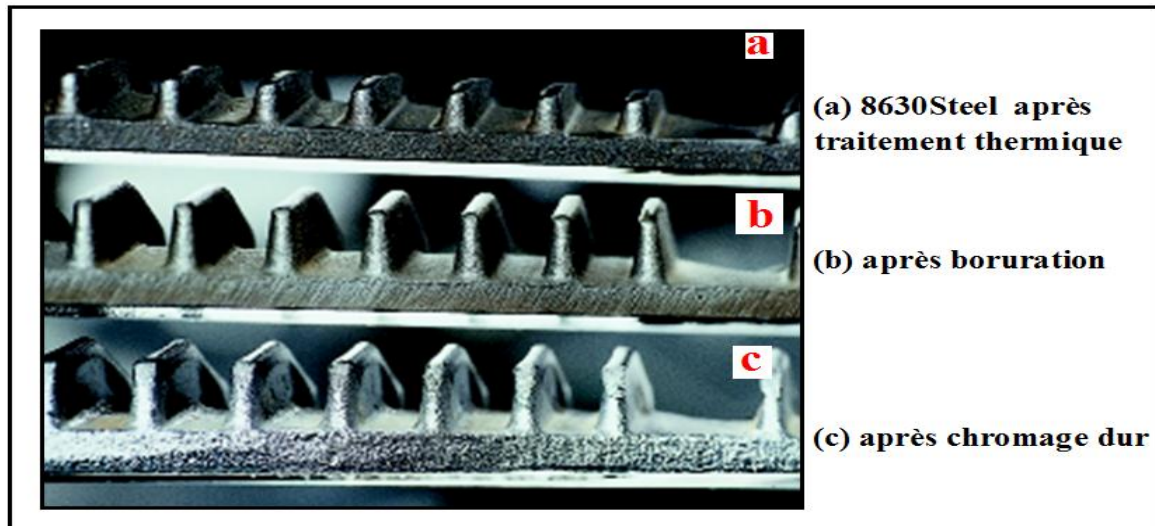


Figure II.4. Usure enregistrée sur une pièce d'une machine agricole qui a subi différents traitements de surface.

Enfin, la boruration réduit considérablement l'attaque des aciers par le zinc fondu; ainsi, en Grande Bretagne, des bacs de galvanisation des aciers fabriqués en titane ont été remplacés avec succès par des aciers mi-durs borurés.

Tableau II.5. Quelques exemples d'utilisation industrielle des pièces borurées [20].

Branche de l'industrie	Applications
Construction mécanique	Mandrins, tambours, disques de freins, lamelles d'embrayage Buses à vapeur surchauffée Glissières, douilles de guidage, plaques-filières, plaques d'appui Pignons coniques, bagues de paliers Pistons de pompe Poulies conductrices Poinçons d'emboutissage, outils d'estampage, canons de perçage Moules Rouleaux marqueurs, rouleaux transporteurs Herses, socs de charrue
Industrie automobile	Engrenages, culbuteurs, soupapes
Industrie du bâtiment	Eléments de transport et d'utilisation du béton

Industrie chimique	Corps, moteurs et chemises de pompes Bacs destinés à contenir de la cryolite, du zinc ou de l'aluminium fondus
Industries textile et plastique	Buses, plaques de buses, guide-fils, tubes Molettes de coupe, vis de boudineuses, cylindres

Chapitre III

Procédure expérimentale

III.1. Introduction :

Dans ce chapitre, nous allons présenter les matériaux de base utilisés comme substrats et les principales techniques utilisées en vue d'obtenir d'une couche borurée sur un acier au carbone de type (XC38). Par la suite nous allons présenter les techniques et les moyens employés pour caractériser et évaluer la qualité des couches réalisés dans ce travail.

III.2. Acier utilisé :

Le matériau utilisé dans ce travail est un acier au carbone de type (XC38). Selon les fiches techniques consultées chez SONATRACH (DML-Laghouat), la composition chimique et quelques propriétés mécaniques de cet alliage sont données dans les Tableau III-1.

Tableau III.1 : Composition chimique de l'acier XC38 en pourcentage massique.

Acier	C	Mn	Si	P	S	Cu	Cr	Ni	Fe
XC38	0,38	0,68	0,34	0,026	0,025	0,18	0,19	0,26	balance

Les poudres de boruration sont constituées au moins de trois composantes :

- Une source de bore ;
- Un activateur ;
- Un diluant.

III.3. Préparation des échantillons pour la boruration :

III.3.1. Découpage :

Les échantillons destinés au traitement de boruration ont été préparés par découpage d'une tige d'acier XC38 fournit par la société SONATRACH. Le découpage a été réalisé par tronçonneuse dans laboratoire de génie mécanique – université de Laghouat (figure III.1). La figure III.2 représenté des morceaux de l'acier pendant le découpage. À la fin de l'opération de découpage des échantillons sous forme cubique avec les dimensions presque : $1 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$.



Figure III.1. Echantillons destinés au traitement de boruration.



Figure III.2. Trançonneuse de découpage.

III.3.2. Polissage :

Tous les échantillons destinés au traitement de boruration subissent un polissage sur polisseuse la marque Struers LaboPol-5 (figure III.3), avec du papier abrasif en carbone de silicium de granulométrie (220, 600, 800, 1200), cette préparation de surface avant la boruration et utilisée pour nettoyer les échantillons, le polissage avant la boruration est très essentiel pour obtenir une boruration homogène à travers tout la surface des échantillons.



Figure III.3. Polisseuse.

III.4. Procédure de boruration :

Le poudre de boruration utilisée pour les traitements des échantillons dans ce travail constituée de carbure de bore (B_4C) comme source de bore et de carbure de silicium (SiC) comme diluant avec fluoroborate de sodium ($NaBF_4$) comme activateur.

Le ciment de boruration utilisé dans ce travail a été préparé à partir des différents composants avec les proportions suivantes :

- Le carbure de bore B_4C 5 % ;
- Le carbure de silicium SiC 90 % ;
- Le fluoroborate de sodium $NaBF_4$ 5 %.

Et pour assurer une bonne homogénéisation du ciment à travers tout le volume, ce dernier est bien agité pendant plusieurs minutes.



Figure III.4. Poudre de boruration- creuset cylindrique.

Les échantillons sont placés dans un creuset cylindrique en acier inoxydable (figure III.6) de façon à permettre un contact intime entre les échantillons et la poudre de boruration pour assurer suffisamment d'élément diffusant autour de tous les échantillons, et d'obtenir une couche de boruration homogène ayant une épaisseur régulière à travers toutes les surfaces des échantillons traités, la Figure III.5 montre la disposition des échantillons à l'intérieur du creuset.

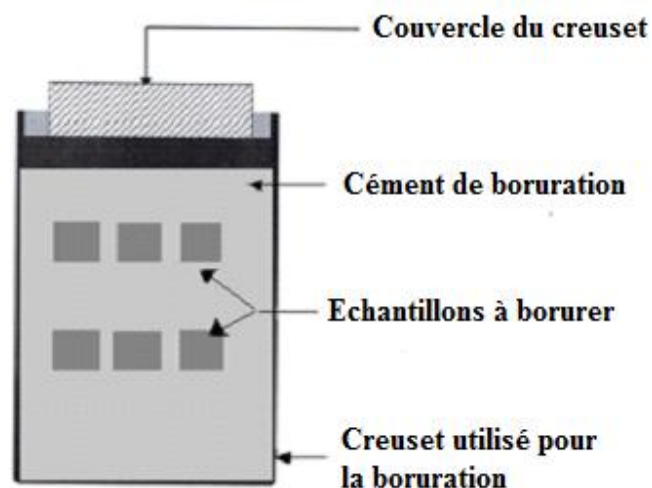


Figure III.5. Disposition des échantillons à l'intérieur du creuset.



Figure III.6. Creuset préparé pour introduction dans le four.

Les échantillons ont été borurés dans un four de marque Vecstar Ltd (Figure III.7) pour une période de cinq heures avec une température constante de 950°C, Après la fin de boruration, le creuset est retiré du four et refroidi à l'air.



Figure III.7. Four électrique.

III.5. Moyens de caractérisation :

Les méthodes de contrôle des produits obtenus sont très diverses à la fois dans leurs principes et dans les informations qu'elles fournissent. Généralement, il n'existe pas de méthode absolue, mais il y a une complémentarité entre certaines méthodes. Les moyens de caractérisation sont présentés en détail dans ce qui suit :

III.5.1. Enrobage :

A cause des petites dimensions des échantillons tronçonnés, il est indispensable d'effectuer un enrobage à froid dans une résine thermodurcissable, et ce pour pouvoir maintenir les échantillons d'une façon correcte durant les opérations de polissage. La résine utilisée est une résine non transparente assez dure.

Contenu : poudre (2vol), durcisseur liquide (1 vol), moule.

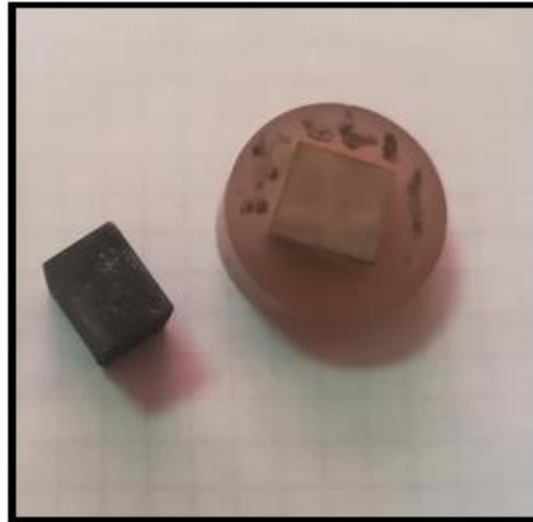


Figure III.8. L'échantillon enrobé pour analyse métallographique.

III.5.2. Préparation métallographique :

Après enrobage, les échantillons sont ensuite abrasés sur une série de papier abrasif en carbure de silicium jusqu'à une granulométrie 1200, puis polis sur des tissus en feutre à la pâte diamantée. Deux granulométries successives de 9 μm et 3 μm ont été utilisées pour la finalisation de l'état de surface des échantillons à observer.

III.5.3. Attaque chimique :

L'attaque chimique est utilisée pour différencier entre la couche obtenue sur l'acier et le reste de la structure (substrat). Le réactif utilisé dans ce travail est constitué d'une solution aqueuse de 4 % d'acide nitrique dans l'alcool éthylique. Cette solution est connue techniquement sous le nom de Nital à 4 %. La durée de l'attaque est de l'ordre de 15 à 20 secondes à la température ambiante.

Une fois que l'effet de l'attaque est bien apparent sur l'échantillon (on constate une petite variation de la couleur de la surface attaquée), un lavage de la surface à l'aide d'un d'eau est effectué pour arrêter toute réaction. Pour ne laisser aucune trace de l'eau, les échantillons sont séchés à l'air chaud.



Figure III.9. Matériels utilisés pour l'attaque chimique des échantillons avant l'observation métallographique.

III.5.4. Le microscope optique (MO) :

Le microscope optique est essentiellement constitué de deux composants optiques. L'objectif et l'oculaire. Cet ensemble solidaire d'un tube est pointé sur l'objet ou préparation posé sur une table ou platine dotée d'organes permettant le positionnement de l'objet dans son plan, généralement par deux mouvements de translation et/ou un mouvement de rotation. La mise au point est assurée par deux dispositifs de translation parallèle à l'axe optique : les mouvements rapide et lent.

La liaison de ces divers éléments, ainsi que leur stabilité, sont assurées par une monture mécanique, le statif, pour lequel on peut souvent distinguer un pied et une potence. L'éclairage de l'objet est assuré par un ensemble condenseur et source, celle-ci étant le plus souvent aujourd'hui également solidaire du statif (et logée dans son pied). Cet éclairage peut prendre différentes formes suivant le type d'observation que nécessite l'objet.

Étude microscopique est effectuée par microscope optique de type (LIECA DMLM) de laboratoire de génie mécanique, cette microscope équipé avec une caméra et relié avec un micro-ordinateur pour obtenu une image numérique (figureIII.10)



Figure III.10. Microscope optique de type LIECA DMLM.

III.5.5. La microscopie électronique à balayage :

Le microscope électronique à balayage permet de distinguer des détails de l'ordre du dixième de micromètre et, grâce à la profondeur du champ des instruments de MEB, les images qui résultent ont une qualité de définition tridimensionnelle. La zone de focalisation des électrons sur la surface de l'échantillon a un diamètre de 50 à 100 Å. Sous l'impact des électrons, cette zone émet des rayons X, des électrons rétrodiffusés (énergie élevée) et des électrons secondaires (énergie faible). Les électrons rétrodiffusés et les électrons secondaires sont utilisés pour élaborer des images de la surface. Les électrons rétrodiffusés permettent de visualiser le contraste chimique de l'échantillon et les électrons secondaires le contraste topographique de la surface. La limite de résolution d'un microscope à balayage peut atteindre 2 à 5 nm.

La morphologie des dépôts a été examinée avec un microscope électronique à balayage TESCAN VEGA. La tension d'accélération utilisée pour les observations en électrons secondaires était le plus souvent en 15 et 25 kV, et le courant de sonde 75 à 160 mA. La distance de travail a été de 15 mm pour les analyses EDX. La plupart des échantillons ont été collés sur le porte échantillon avec une colle en graphite et métallisés à l'argent pour faciliter l'analyse.



Figure III.11. Microscope Electronique à Balayage de type TESCAN VEGA.

III.5.6. Essais de micro dureté :

La dureté d'un matériau est la résistance qu'il oppose à la pénétration d'un corps plus dur. Les essais de dureté sont particulièrement utilisés pour caractériser les matériaux métalliques, Cette essais simples et rapides et de permettre de réaliser un contrôle qualité du matériau en ayant une première approche des caractéristiques mécaniques statistiques (résistance, rigidité). Il existe un grand nombre d'essais possibles, mais généralement les essais le plus utilises Brinell, Rockwell, Vickers, très complémentaires, Symboles de dureté dans ces essais est respectivement HB, HR, HV [1].

L'essai que nous utilise dans notre teste c'est l'essai de Vickers HV (figure III.12). Cet essai consiste à appliquer dans le matériau un pénétrateur diamant en forme de pyramide à base carrée d'angle au sommet 136° , sous l'action d'une charge F maintenue pendant 15 secondes, et à mesurer la diagonale (d) d'une empreinte après enlèvement de la charge.

La dureté Vickers est proportionnelle au rapport F/S . L'équation exprimer la valeur de la dureté de Vickers est [1]:

$$HV = \frac{2F \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g d^2} = \frac{0,189 F}{d^2}$$

- HV : la valeur de la dureté de Vickers
- F : force appliquée (Newton)
- d : valeur de diagonales de l'empreinte (mm)
- g : accélération terrestre ($9,80665 \text{ m.s}^{-2}$)

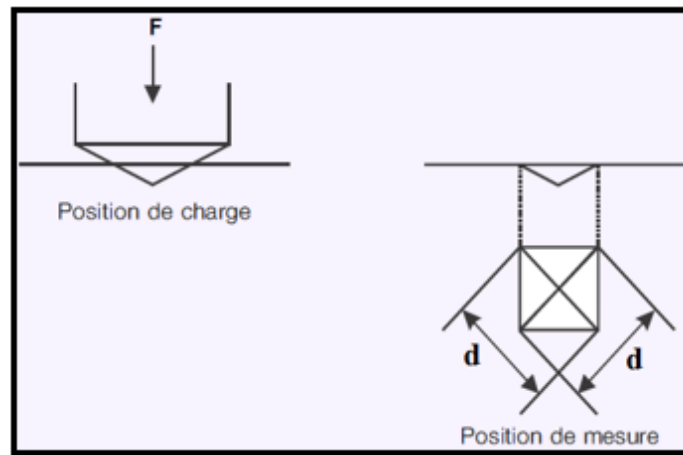


Figure III.12. Dureté Vickers [1].

La marque de d'uromètre que nous utilisons dans notre travail est **INNOVATEST** (figure III.14), cette d'uromètre équipé par micro-ordinateur pour montrer des photos des empreintes plus clair et précise [2]. Le test de la micro dureté se fait sur les trois zones : la couche de borure, le substrat et la zone intermédiaire entre la couche et le substrat.

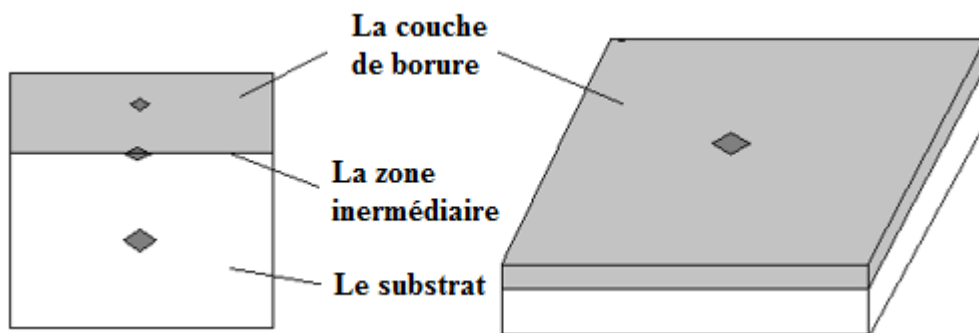


Figure III.13. Les sites testés par micro dureté.



Figure III.14. Appareille de mesure de microdureté.

Chapitre IV

Résultats et discussions

IV.1. Introduction:

Le but de ce chapitre est une compilation des résultats obtenus dans le chapitre précédent et leurs interprétations.

Dans un premier temps, nous discuterons les résultats apportés par l'analyse métallographique par (MO). En plus nous avons utilisé le dispositif MEB, et à la fin de passer les échantillons sur la microdureté pour connaître la différence de dureté.

IV.2. Morphologie :

Le produit de départ est un acier XC38 composé de 0,39% C selon la fiche technique consultée par SONATACH (DML-Laghouat), (Chapitre III, paragraphe III.1) Cet acier est un acier hypoeutectoïde ($C \leq 0,8$ %) fer-perlite structure. L'image métallographique obtenue par microscopie optique (Figure IV.1) montre clairement la présence de grains de perlite plus foncés et de grains de ferrite légèrement plus clairs. La concentration de provocation chimique utilisée dans cette étude était de 4 %.

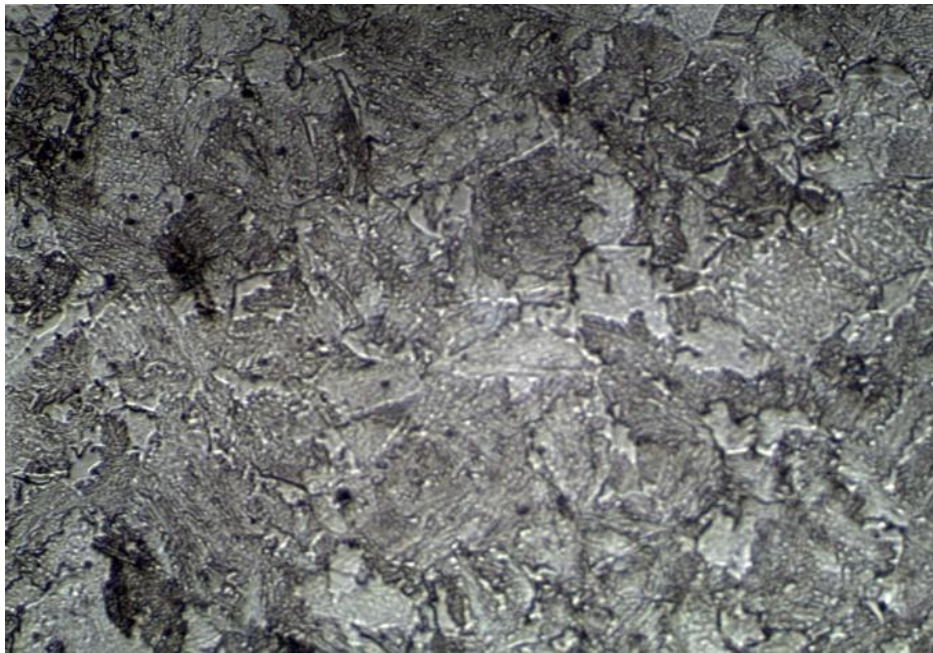


Figure IV.1. Microstructure de l'acier XC 38 0.39% de carbone (sans traitement).

Les traitements de boruration effectués sur les échantillons étudiés (acier XC38) avec la poudre de boruration utilisée dans ce travail (90 % SiC ; 5 % B₄C et 5 % NaBF₄).

Le poudre de boruration utilisée dans ce travail a été préparée à partir d'un poudre qui constituée carbure de bore (5%B₄C) comme source de Bor et de carbure de silicium (90%SiC) comme diluant.

Tableau IV.1. Composition de poudre utilisée.

Activateur	Source de bore	Diluant	Température	Temps
5%NaBF ₄	5%B ₄ C	90%SiC	950C°	5 Heurs

Sur la Figure III.2, réalisée à l'aide du microscope optique, on peut distinguer facilement la couche borurée formée du reste du substrat par la différence de coloration et de contraste des différentes phases. La couche borurée obtenue a une forme aciculaire avec des aiguilles (dentelée) avec une orientation perpendiculaire à la surface des échantillons traités. Cette forme aciculaire est caractéristique aux couches de borures réalisées sur les aciers au carbone. La forme aciculaire de la couche de borure formée sur les aciers présente un bon moyen d'accrochage de ces couches sur le substrat. Les problèmes de décohésion aux interfaces revêtement/substrat fréquemment rencontrés dans les traitements de surface sont pratiquement absents dans ce cas.

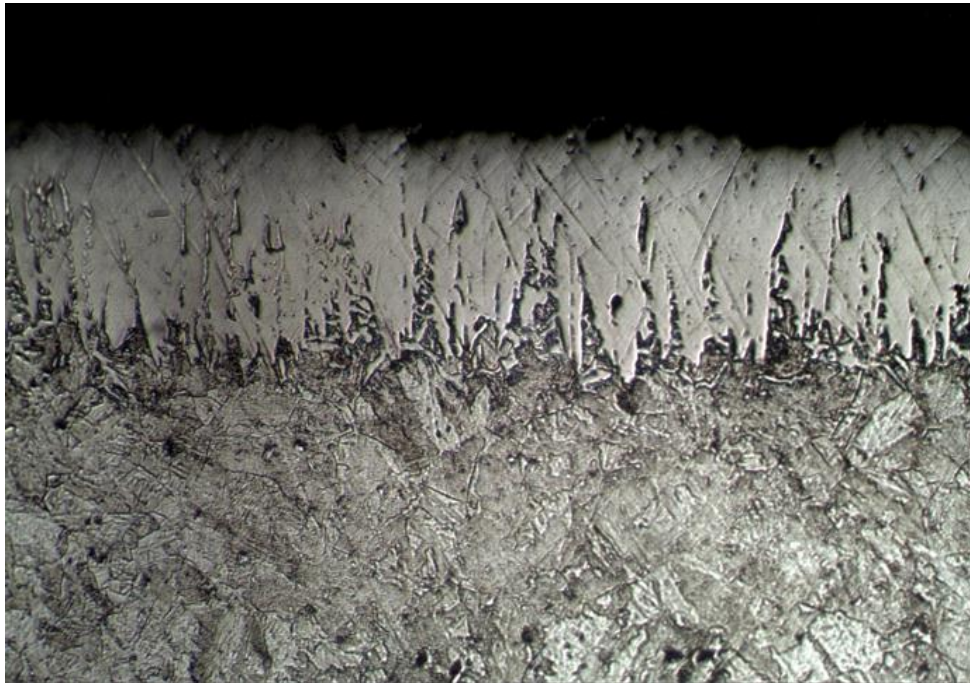


Figure IV.2. Micrographie d'un échantillon d'acier (XC38) boruré avec la poudre (5%NaBF₄, 5 % B₄C,90%SiC) à température de 950°C pendant 5 heures.

Sur la Figure IV.3 (L'examen par microscopie électronique à balayage en utilisant le contraste des électrons rétrodiffusés), on peut facilement faire la différence entre la couche borurée et le reste du matériau qui apparaît avec une coloration légèrement plus claire que celle du borure.

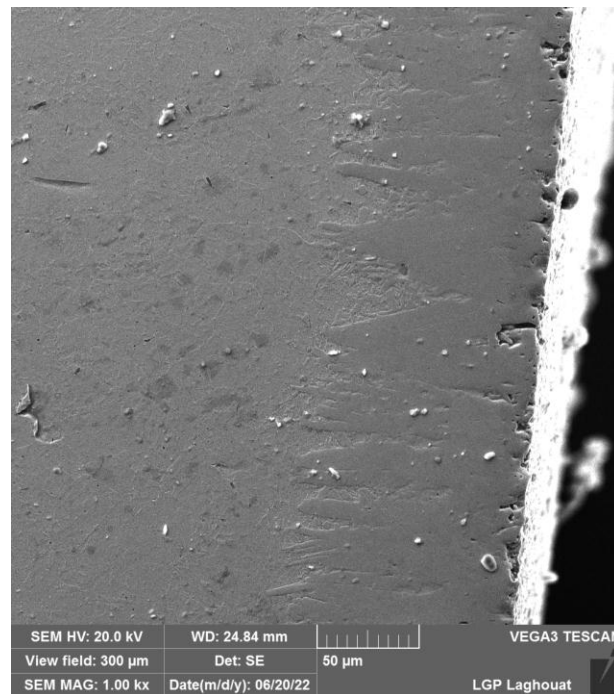


Figure IV.3. Couche borurée obtenue sur l'acier XC38 par microscopie électronique à balayage en électrons rétrodiffusés.

La valeur moyenne de l'épaisseur de la couche de borures obtenue sur l'acier au carbone utilisé dans ce travail est comprise entre 116 μ m et 118 μ m (Figure IV.4).

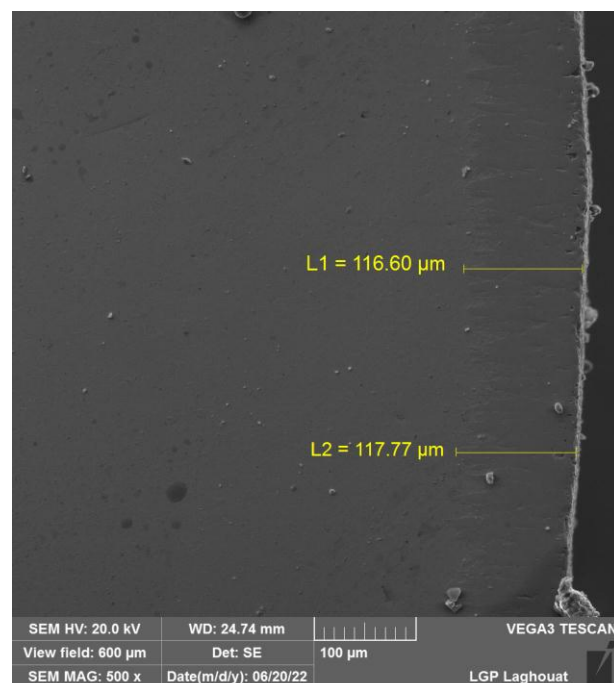


Figure IV.4. Epaisseur de la couche de borures obtenue sur l'acier XC38.

IV.3. Microdureté:

La microdureté a été réalisée au niveau du laboratoire de génie des procédés de l'Université Laghouat. Le matériel utilisé est de la marque « INNOVATEST ». Le pénétrateur est un diamant en forme de pyramide à base carrée avec un angle de face de 136° . Amener le cône diamant en contact avec la surface à mesurer, et charger progressivement le cône, sans choc ni vibration, jusqu'à la charge maximale fixée.

Des mesures de microdureté ont été effectuées sur des régions individuelles des échantillons (matériau non traité et couche de borure). Pour étudier et évaluer l'effet du traitement au borure de l'acier XC38 sur la dureté, nous avons effectué des tests de microdureté sur la zone FeB et l'acier non traité et comparerons ces résultats. Sur la base de ces résultats, nous pouvons comparer l'effet de l'activateur utilisé dans la poudre de borure sur la dureté de la couche de borure obtenue dans les mêmes conditions de traitement (5 h et 950°C). Dans notre étude, Nous avons appliqué une force de 2 kg sur matériau blanc et de 100 g sur l'échantillon boruré pour protéger la couche de borure.

Les microduretés obtenues pour les différentes zones des échantillons borurés sont données dans les tableaux IV.2 et IV.3.

Tableau IV.2. Valeurs des microduretés obtenues dans l'acier XC38 sans traitement.

Acier	Charge (kg)	HV1	HV2	HV3
l'acier XC38 sans traitement	2	195	250	226

Tableau IV.3. Valeurs de la microdureté obtenue dans l'acier XC18 après boruration.

Acier	Charge (g)	HV1	HV2	HV3
l'acier XC18 après boruration	100	220	680	1509

La plus grande microdureté est de l'ordre de 1509 HV et elle est enregistrée sur la surface de l'échantillon boruré. Cette zone correspond bien à la zone d'existence du borure FeB [21].

La microdureté de la zone sous-jacente à la couche borurée est relativement sensible à la composition chimique de l'acier. Cette valeur est de l'ordre de 680 HV.

Cette valeur de microdureté est relativement élevée, ce qui représente un grand avantage pour les couches borurées. En effet, elle peut jouer le rôle d'un support assez dur dans le cas de grandes sollicitations. La dureté de cette zone est justifiée par la présence d'une quantité importante de carbone poussé vers l'intérieur du substrat par le bore pendant la formation de la couche borurée.

La dureté de l'acier XC38 sans traitement est comprise entre 195HV et 250 HV.

La présence de ces trois différentes zones dans les échantillons borurés, nous laisse assimiler la boruration des aciers à un traitement multifonction, qui nous permet d'avoir différentes propriétés sur un même matériau, et ce en un seul et unique traitement.

Conclusion

Conclusion:

L'objectif principal de ce travail est l'étude de l'action de l'activateur dans la poudre de la boruration sur la croissance de la couche de borure formé sur le substrat d'un acier au carbone (XC38) 0.39% de carbone. L'activateur utilise dans cette étude son (NaBF₄) ; avec source de bor (B₄C) et diluant (SiC) ; la concentration de diluant et source de bor et le activateur sont 90%. 5%. 5% respectivement.

Les traitements de boruration sont effectués à température de 950C° pendant cinq heures. Puis nous avons calculé la micro dureté sur le substrat et la couche formée.

Les résultats obtenues grâce la technique d'analyse métallographique et la micro dureté permis de conclure les points suivants:

- L'analyse métallographique par microscope optique (MO) et microscopie électronique à balayage (MEB) révèle que La couche borurée obtenue à une forme aciculaire (dentelée) sur toute la surface de l'acier au carbone XC38 est comprise entre 116 µm et 118 µm.
- La dureté de l'acier XC38 sans traitement est 250 HV tandis que la dureté sur la couche de borure (1509 HV) est très élevée par rapport le substrat.

Enfin, nous concluons que le processus de boruration augmente la dureté du métal presque 8 fois plus qu'il ne l'était.

Les résultats obtenus en utilisant la méthodologie proposée dans le présent travail montrent qu'avec une technologie très simple et que la boruration (technique des poudres) peut conduire à des revêtements très durs et résistants.

Nous pensons finalement que l'objectif visé par ce travail a été atteint. Il faut par ailleurs souligner que la méthode de déposition utilisée est onéreuse, nous proposons à cet effet d'envisager l'utilisation des autres méthodes de boruration (thermochimique dans des sels fondus ou technique des pâtes) et avec des différents activateurs.

Bibliographie

Bibliographie:

- [1] G. Beranger, H. Mazille, Revêtements et traitements de surface, approche technologique, Techniques de l'ingénieur, MD2, partie M 1426, pp 1-15.
- [2] Robert Lévêque, Traitements et revêtements de surface des métaux, Dunod, Paris, 2007.
- [3] L. Carreras Vendrell, L.Carreras Gil, F. Montalà, P.Nisio et S. Bentivegna, Revêtements CVD pour l'emboutissage d'aciers à haute résistance, Elsevier, 2005.
- [4] Techniques de l'ingénieur, MD2, partie M 1422.
- [5] I. Lakhtine, Métallographie et traitements thermiques des métaux, Mir. Moscou, 1978.
- [6] B. Stauder, O. Rey, M. Buvron, P. Jacquot et G. Prunel, Influence de la cémentation à basse température sur la résistance au grippage et à l'usure des aciers inoxydables austénitiques, Acta Metallurgica, 2000.
- [7] G. Vermesan, P. Jacquot, E. Vermesan, La boruration, Traitement thermique, Vol.284-95, 1995, pp 39-44.
- [8] P. Bazille, la boruration, Revue de Mécanique et Electricité, Vol.336, 1977, pp 26-32.
- [9] Th. Gueguen, Les traitements de conversion par voie chimique, phosphatation, oxalation, chromation, brunissage, Traitements de surface et protection contre la corrosion, Ecole d'Eté Aussois, 1987.
- [10] J. Ducarme, A. Viola, N. Le Pottier, A. Richardot, Etude d'une conversion chimique sans chrome hexavalent appliquée aux alliages d'aluminium aéronautique, Revue traitement Thermique, N° 366, 2005, pp. 25-26.
- [11] G. Beranger, D. Henriot, Coloration des aciers inoxydables, Techniques de l'ingénieur, MD3, partie M 1572, pp. 1-10.
- [12] R. Boubaaya, Elaboration de couches minces de carbure et de borure de chrome par procédé de traitement de conversion: Caractérisation physico-chimique et mécanique, Thèse de doctorat, Université Amar Telidji - Laghouat, 2018.
- [13] Chen Bao-qing, La technologie de pulvérisation cathodique en chinois, Editions

- scientifiques du ministère de l'industrie de Chine, 1990.
- [14] A. Prôner, Revêtements par projection thermique, Techniques de l'Ingénieur, MD3, M1645, pp. 11-12.
- [15] P. Fauchais, A. Vardelle, B. Dussoubs, Quo Vadis Thermal Spraying?, Thermal Spray Technology, Vol.10 (No.1), 2001, pp. 44-66.
- [16] E. Pfender, Fundamental Studies Associated with the Plasma Spray Process, Thermal Spray, Advances in Coatings Technology, (Ed.) C.C Berndt, (Pb.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, 1992, pp. 1-10.
- [17] G. Vermesan, P. Jacquot, E. Vermesan, La boruration, Traitement thermique, Vol.284-95, 1995, pp 39-44.
- [18] M. Hansen, constitution of binary alloys, McGraw-Hill, 1958, pp 249-252.
- [19] Ph. Poupeau, diagrammes d'équilibre, alliages binaires, Techniques de l'ingénieur MII : Etude des alliages, Vol. M70, 1986, P129.
- [20] C.C. McBride, J.W. Spretnak, S.Rudolph, A study of the Fe-Fe₂B system, transactions of the ASM, Vol.46, 1987, pp499-524.
- [21] O. Alaoui, Boruration sans électrolyse des aciers dans des sels fondus et caractérisation des couches borurées obtenues, Mémoire magistère, ENP d'Alger, 1995.
- [22] P. Casadesus, Mise au point d'un traitement de boruration des aciers par bombardement ionique avec le diborane, Thèse de l'université de Nancy, 1977.
- [23] L. Segers, A. Fontana, R. Winand, Electrochimical boriding of iron in molten salts, Electrchimica Acta, Vol.36, 1991, pp41-47.
- [24] P. Guiraldenq, Diffusion dans les métaux, Techniques de l'ingénieur MII : Etude des alliages, Vol. 55, 1978, pp31-33.
- [25] F. Thénevot, P. Goeuriot, J. Couturier, R. Levêque, Amélioration des propriétés des résistances à l'usure d'aciers inoxydables par boruration directe ou séquencée, Traitement et revêtement des métaux, PP50-62.
- [26] A. Zhigah, I. Antonov, M. Pchelkina, G. Yukin, A. Dobrodeev, V. Mataeev, Surface impregnation of steel with boron from the gaz phase, Metal Science and Heat treatment of Metals, Vol.1, 1995, pp51-56.

- [27] P. Casadesus, C. Frantz, M. Gantois, Boriding with a thermally instable gaz diborane, Metallurgical transactions A, Vol.10A, 1979, pp1739-1743.
- [28] M. Pchelkina, Yu. Lakhtin, Boronizing in a boron trichloride atmosphere, metal Science and Heat Treatment of metals, Vol.2, 1960, pp397-398.
- [29] A. mutuschka, Boronizing, Hayden and Son Inc, Philadelphia, ISBN 85501 640X, 1980.
- [30] M. Golpin and J.S. Daniel, Développements et perspectives dans le traitement des métaux en bains ignés, Mémoire Scientifiques de la revue de métallurgie, 1976.
- [31] K. Matiasovsky, P. fellner, M. chrenkova-Paucirova, Z. Lubyova, A. Silny, Electrolytic (Ed. D. G. Lovering), Plenum Press, pp123-152.
- [32] L. Layakhovich, L.N. Kosachevskii, F.V. Dolmanov, M.G. Krukovich, Liquid process of chemical heat treatment without electrolysis, Metal Science and Heat Treatment, Vol.14, 1972, pp156-157.
- [33] H. Ornig, O. Schaaber, Observation of surface boriding of steel, Harterei- Technische Mittenlungen, Vol.17, 1962, pp131-140.
- [34] W. Fchtl, N. Trausner, A. Graf Von Matuschka, boronizing with Ekabor, Documentation E.S.K, 1988.
- [35] R. Benahmed, Etude de la cinétique et la croissance des couches borurées obtenue par la technique des poudres, Mémoire d'Ingénieur d'Etat de l'université de Laghouat, 2000.
- [36] J. Cueilleron, G. Lahet, F. Thevenot, Nouvelle méthode d'obtention de borures métalliques, Journal of the less-common metals, 1971, pp 318-321.
- [37] J. Subrahmanyam, K. Gopinath, Wear Studies on boronized mild steel, Wear, Vol.95, 1984, pp287-292.
- [38] T.S. Eyre et J. Morri, The metallurgy and wear characteristics of boride coatings, Heat Treatment of Metals, Vol.4, 1978, pp103-105.
- [39] K. Habig, Wear protection of steels by boriding, vanadizing, nitriding, carburising, and hardening, 1980, Materials in Engineering, Vol.2, pp83-92.
- [40] P. Bazille, La boruration dans les traitements thermiques superficiels de diffusion, influence sur les propriétés mécaniques, Journées de printemps du GAMI, 12 et 13 juin 1975.

- [41] D. Tsipa, H. Noguera, J. Rus, Corrosion behavior of boronized low carbon steel, materials Chemistry and Physics, Vol.18, 1987, pp295-303.
- [42] K. Lesnikova, M. Freid, The effect of boriding on corrosion resistance of carbon steels, Vol.16, 1980, pp163-164.
- [43] W. Fichtl, Boronizing and its practical applications, Revue Internationale des Hautes Températures et réfractaires, Vol.17, 1980, pp33-34.