

UNIVERSITÉ SAAD DAHLAB DE BLIDA

Faculté de Technologie

Département de Mécanique

MÉMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : science des matériaux

Présenté par:

M^r. AZOUANI Omar

TRAITEMENT THERMOCHIMIQUE EN PHASE SOLIDE DES
ACIERS UTILISANT DES POUDRES (BORE-SILICIUM) ET (BORE-
AZOTE) : CARACTÉRISATIONS DES COUCHES FORMÉES ET
CINÉTIQUE DE DIFFUSION

Devant le jury composé de :

Mr .N. BACHA	Professeur, U.S.D.B	Président
Mr. M. HADJI	Professeur, U.S.D B	Examineur
Mr. R. CHEGROUNE	M.C (A), U.S.T.H.B	Examineur
Mr. M. KEDDAM	Professeur, U.S.T.H.B	Directeur de mémoire
Mr. A. BRAHIMI	M.C (B), U.S.D.B	Co-directeur de mémoire

Blida, 31 Janvier 2013

DÉDICACES

CE TRAVAIL EST DÉDIÉ À :

MES CHERS PARENTS.

MA FEMME.

MES FRÈRES ET SŒURS.

MES BEAUX PARENTS.

MES BEAUX FRÈRES ET BELLES SŒURS.

MES NEVEUX ET MA NIÈCE.

MES COLLÈGUES DE TRAVAIL.

REMERCIEMENTS

- Avant tout, je remercie **ALLAH** le tout puissant de m'avoir donné la force et le courage pour surmonter toutes les épreuves et mener à terme ce travail.
- Je voudrais remercier **le Professeur M. KEDDAM**, de l'USTHB, qui ma fait honneur d'accepter de diriger ce modeste mémoire de magistère. Il a eu la patience de suivre le travail et de lire mes manuscrits.
- Je tiens à exprimer toute ma gratitude et ma reconnaissance à mon Co-encadreur **Monsieur A. BRAHIMI**, maître de conférences (B) à l'USDB, qui m'a proposé le thème de mon sujet.
- J'adresse mes vifs remerciements au **Professeur N. BACHA**, directeur de laboratoire de traitement de surface et matériaux à l'USDB, pour avoir accepté de présider le jury de ma soutenance.
- Je voudrais remercier également **le Professeur M. HADJI**, de l'USDB, qui a accordé un respect d'examiner ce travail.
- Je tiens à exprimer ma reconnaissance à **Monsieur R. CHEGROUNE**, maître de conférences (A) à l'USTHB, qui m'a fait honneur de faire partie du jury pour examiner ce travail.
- Je tiens à remercier particulièrement **Monsieur A. SEHISSEH**, chargé de recherche au CRND, pour sa disponibilité et ses conseils tout au long de ce travail.
- Mes remerciements vont également à **Madame Y. BELAROUSSI** du CDTA pour les analyses au microscope électronique à balayage et **Monsieur S. ABAIDIA** de l'UMBB pour les analyses de diffraction des rayons X.
- Mes remerciements s'adressent également à **Monsieur A. BENCHEIKH** du CRND, pour la réalisation des échantillons de traitement.
- A mes collègues de travail et tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, trouve ici, dans ces lignes ma profonde reconnaissance.
- Mon plus grand merci revient naturellement à ma **FEMME** qui m'a toujours soutenu et encouragé avec une très grande énergie.
- Enfin, je remercie chaleureusement **MES PARENTS** qui sont à l'origine de tout ça.

SOMMAIRE

Introduction générale.....	12
<u>CHAPITRE 1: Rappel bibliographique sur les traitements thermochimiques de boruration des aciers et des fontes.</u>	
1.1. Introduction.....	14
1.2. Importance d'un traitement thermochimique de boruration.....	15
1.3. Traitement thermochimique de boruration.....	15
1.3.1. Boruration en phase gazeuse.	17
1.3.2. Boruration en phase liquide.	19
1.3.2.1. Boruration avec électrolyse en bains de sels fondus.....	19
1.3.2.2. Boruration sans électrolyse dans un bain de sels fondus.....	19
1.3.3. Boruration solide.	20
1.3.3.1. Boruration avec la technique des pâtes.....	21
1.3.3.2. Boruration avec la technique des poudres.....	21
1.4. Caractéristiques de la couche de boruration.....	22
1.4.1. Propriétés physique, chimique et mécanique de la couche borurée.	23
1.4.1.1. Phase borurée FeB.....	24
1.4.1.2. Phase borurée Fe ₂ B.....	24
1.5. Mécanismes de formation de la couche borurée [36].....	24
1.6. Influence des éléments d'alliages sur la boruration des aciers.....	26
1.7. Cinétique de la diffusion du bore dans les métaux.....	27
1.7.1. Lois de Fick.....	29
1.7.1.1. Première lois de Fick.....	29
1.7.1.2. Deuxième lois de Fick.....	30
1.7.2. Boruration des aciers.	31
1.8. Applications industriels de la boruration des aciers.....	32

CHAPITRE 2: Moyens et techniques expérimentales.

2.1. Introduction.....	33
2.2. Présentation des matériaux.....	33
2.2.1. La nuance A60.....	34
2.2.2. La nuance Z200CDV12.....	34
2.2.3. La fonte FGS 400-15.	35
2.3. Traitement thermochimique de boruration.....	35
2.3.1. Poudre de boruration.	35
2.3.2. Procédé de boruration.	37
2.4. Caractérisation métallographique de la couche borurée.....	37
2.4.1. Préparation des échantillons.....	37
2.4.1.1. Prélèvement des échantillons.....	39
2.4.1.2. Enrobage.....	39
2.4.1.3. Polissage mécanique.....	39
2.4.2. Examen au microscope optique (MO).....	40
2.4.3. Examen au microscope électronique à balayage (MEB).	41
2.4.3.1. Microscope électronique à balayage.....	41
2.4.3.2. Microsonde électronique EDS.....	42
2.4.4. Mesure de l'épaisseur de la couche borurée.	42
2.5. Caractérisation micromécanique.....	43
2.6. Caractérisation des borures par la diffraction des rayons X... ..	44
2.6.1. Principe de diffraction des rayons X.....	44
2.6.2. Analyse qualitative des phases.....	45

CHAPITRE 3: Résultats et discussions.

3.1. Introduction.....	46
3.2. Etude microstructurale et micromécanique de la couche borurée.....	46
3.2.1. Acier A60.	46

3.2.1.1. Microstructure de la couche borurée.....	46
3.2.1.2. Mesure de l'épaisseur de la couche borurée.....	48
3.2.1.3. Analyse des profils de microdureté.....	49
3.2.1.4. Analyse des phases par diffraction des rayons X.....	49
3.2.2. Acier Z200CDV12.	50
3.2.2.1. Microstructure de la couche borurée.....	50
3.2.2.2. Mesure de l'épaisseur de la couche borurée.....	52
3.2.2.3. Analyse des profils de microdureté.....	53
3.2.2.4. Analyse des phases par diffraction des rayons X.....	54
3.2.3. Fonte FGS 400-15.	54
3.2.3.1. Microstructure de la couche borurée..	54
3.2.3.2. Mesure de l'épaisseur de la couche borurée.....	56
3.2.3.3. Analyse des profils de microdureté.....	56
3.2.3.4. Analyse des phases par diffraction des rayons X.....	57
3.3. Etude de la cinétique de diffusion du bore dans la couche borurée.....	58
3.3.1. Acier A60.	59
3.3.1.1. Estimation du coefficient de diffusion du bore.....	59
3.3.1.2. Estimation de l'énergie d'activation du bore.....	60
3.3.2. Acier Z200CDV12.....	60
3.3.2.1. Estimation du coefficient de diffusion du bore.....	60
3.3.2.2. Estimation de l'énergie d'activation du bore.....	61
3.3.3. Fonte FGS 400-15.	61
3.3.3.1. Estimation du coefficient de diffusion du bore.....	61
3.3.3.2. Estimation de l'énergie d'activation du bore.....	62
3.4. Conclusion.....	63

CHAPITRE 4: Modélisation du traitement thermochimique de boruration par la méthode des plans d'expériences

4.1. Introduction.....	65
4.2. Terminologie.....	66
4.2.1. Facteur.....	66
4.2.2. Réponse.....	67
4.2.3. Points expérimentaux.	67
4.2.4. Domaine d'étude (DE).	67
4.2.5. Surface de réponse.....	68
4.2.6. Variables centrées réduites (VCR).....	69
4.3. Expérimentation.....	70
4.4. Mise en œuvre d'un plan factoriel complet (3^2).....	70
4.4.1. Facteurs du système.....	71
4.4.2. Domaine d'étude.....	72
4.4.3. Réponse.....	72
4.5. Matrice des expériences.....	73
4.6. Modélisation mathématique des expériences.....	73
4.6.1. Calcul des coefficients du modèle.....	73
4.7. Analyse statistique du modèle.....	74
4.7.1. Le modèle de l'acier A60.....	77
4.7.2. Le modèle de l'acier Z200CDV12.	77
4.7.3. Le modèle de la Fonte FGS 400-15.....	77
4.8. Analyse statistique des coefficients du modèle.....	78
4.8.1. Coefficients du modèle de l'acier A60.....	79
4.8.2. Coefficients du modèle de l'acier Z200CDV12.....	80
4.8.3. Coefficients du modèle de la fonte FGS.400-15	80
4.9. Comparaison entre les résultats du modèle et l'expérience.....	81

4.10. Etude des effets des facteurs sur la cinétique de la couche borurée.....	82
4.10.1. Acier A60.	82
4.10.2. Acier Z200CDV12.	82
4.10.3. Fonte FGS 400-15.....	84
4.11. Analyse graphique des résultats.....	84
4.12. Conclusion.....	85
Conclusion générale.....	88
Annexes.....	91
Références bibliographiques.....	96
Liste des tableaux.....	103
Liste des figures.....	104

الملخص.

عملية تصليب سطحي لنوعين من الحديد ممثلا في A60 و Z200CDV12 و نوع من الفولاذ ممثلا في FGS 400-15 تم إجراؤها عن طريق المعالجة الحرارية الكيميائية ، بمساعدة بودرة مكونة أساسا من البور (B₄C) في درجات حرارة من 900 ، 950 و 1000 درجة مئوية لمدة 2، 4 و 6 ساعات. بعد عملية المعالجة الحرارية الكيميائية، التصلبات الناتجة كانت من نوع Fe₂B و FeB. وقد سمحت لنا الأوصاف البنائية الدقيقة بتوصيف مرفولوجية الطبقة المصلبة بالبور المشكلة في الواجهة مع الركيزة ، كما سمحت لنا بتقييم سماكة هذه الطبقة و تعريف طبيعة التصلبات الناتجة عن البور. تم تنفيذ التوصيفات الميكروميكانيكية بمساعدة هيكل (la microdureté) إنطلاقا من السطح إلى غاية عمق العينة.

دراسة حركة التطور للطبقة المصلبة بالبور (FeB+Fe₂B)، تم إنجازها في درجات الحرارة بين 900 و 1000 درجة مئوية ، في هذا المجال الحراري حددنا نشر البور (B) في الطبقة المصلبة بالبور إنطلاقا من قانون التطور من نوع القطع المكافئ $x = \sqrt{t}$. معاملات النشر (D) حددت كذلك بعلاقة متسارعة من نوع أرهينيس $D = D_0 \exp(-Q/RT)$ مع تنوعنا لدراسة الحرارة و الوقت. النتائج أظهرت أن D يرتفع مع درجة حرارة المعالجة و أن طاقات التفعيل البور (bore) شكلت علي التوالي 194، 215 و 220 (KJ/mole) للتدرجات الحديد A60، الفولاذ FGS 400-15 و الحديد Z200CDV12 .

التجريب للمعالجة الحرارية الكيميائية لعملية التصليب بالبور عبر منهج مخطط التجارب ، سمح لنا بدراسة تأثير الحرارة و الوقت على تطور الطبقة المصلبة بالبور (FeB+Fe₂B) . لقد سخرنا النموذج الرياضي [2] متعدد الحدود من الدرجة الثانية $y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_{12}x_{12}$. قدم أثر درجة الحرارة عن طريق المعامل a_1 و هو النظام 48 للحديد A60 ، 35 للفولاذ FGS 400-15 و 21 للحديد Z200CDV12 . أما الوقت فقدم بالمعامل a_2 وهو 50 للحديد A60 ، 30 للفولاذ FGS 400-15 و 15 للحديد Z200CDV12 .

الكلمات المفتاحية: عملية التصليب الحديد بالبور، حركة نشر البور، تصلبات الحديد بالبور، طاقة التفعيل، مخطط التجارب، أثر الحرارة و أثر الوقت.

RÉSUMÉ

Un durcissement superficiel de deux aciers A60 et Z200CDV12 et une fonte FGS 400-15, a été réalisé par un traitement thermochimique de boruration en phase solide à l'aide d'une poudre à base de carbure de bore (B_4C), à des températures de 900, 950 et 1000°C pendant 2, 4 et 6 h. Le durcissement consiste à former des borures sur ces nuances. Lors du traitement thermochimique, les borures formés sont de types : FeB et Fe_2B . Les caractérisations microstructurales ont permis de caractériser la morphologie de la couche borurée formée à l'interface avec le substrat, d'évaluer l'épaisseur de cette couche et d'identifier la nature des borures qui composent cette couche. Les caractérisations micromécaniques sont réalisées à l'aide des profils de microdureté depuis la surface jusqu'au cœur de l'échantillon.

L'étude de la cinétique de croissance des couches borurées (FeB+ Fe_2B) a été réalisée entre 900 et 1000°C. Dans ce domaine de températures, nous avons déterminé les coefficients de diffusion du bore dans la couche borurée à partir de la loi de croissance de type parabolique $x = \sqrt{t}$. Les coefficients de diffusion D ont été déterminés également par la relation exponentielle de type Arrhenius $D = D_0 \exp(-Q/RT)$, en faisant varier la température et le temps. Les résultats montrent que D augmente avec l'augmentation de la température de traitement. Les énergies d'activation du bore ont été estimées respectivement à 194, 215 et 220 KJ/mole pour les nuances A60, la fonte FGS 400-15 et le Z200CDV12.

La simulation du traitement thermochimique de boruration par la méthode des plans d'expériences nous a permis d'étudier l'effet de la température et du temps sur la croissance de la couche borurée. Le modèle mathématique [2] retenu est un polynôme de second degré $y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_{12}x_{12}$. L'effet de la température, représenté par le coefficient a_1 , est de l'ordre de 48 pour l'acier A60, 35 pour la fonte FGS 400-15 et 21 pour l'acier Z200CDV12. L'effet du temps, représenté par le coefficient a_2 , est de 50 pour l'acier A60, 30 pour la fonte FGS 400-15 et 15 pour l'acier Z200CDV12.

Mots clés: Boruration; Cinétique de diffusion du bore; Borures de fer; Energie d'activation; Plans d'expériences; Effet de la température; Effet du temps.

INTRODUCTION GÉNÉRALE.

La durée de vie des pièces mécaniques est atténuée par les agressions dues à l'usure ou à la corrosion des surfaces de contact. La solution de substitution par des matériaux plus durs est d'un coût souvent élevé. Compte tenu de cet inconvénient, on a opté pour le durcissement des surfaces externes par un traitement superficiel approprié.

Le traitement thermochimique de boruration (TTC) est le procédé qui nous a permis d'améliorer les propriétés mécaniques des surfaces des substrats vis-à-vis des sollicitations externes tout en préservant les propriétés du cœur. Le phénomène de boruration est basé sur la diffusion des atomes de bore dans la matrice (Fe) pour former des borures. Selon le diagramme d'équilibre de Fer-Bore, la diffusion du bore dans le réseau cristallin de fer conduit à la formation de deux types de borure de fer (FeB et Fe₂B).

L'utilisation large à l'échelle industrielle des pièces en aciers et en fonte [3], nous a conduit vers le choix des nuances les plus courantes actuellement sur le marché ; à savoir les aciers A60 et Z200CDV12 et la fonte FGS 40-15. De plus, ce choix est motivé aussi par une étude de l'effet de la composition chimique sur le TTC de boruration.

Ce mémoire comporte quatre (04) chapitres principaux.

Le premier chapitre est consacré aux rappels bibliographiques sur les TTC de boruration des alliages à base de fer. Un intérêt particulier est accordé au procédé le plus répandu industriellement et qui a été utilisé dans notre travail, à savoir la boruration en phase solide par l'utilisation des poudres.

Le second chapitre décrit les moyens mis en œuvre pour la réalisation de la boruration en phase solide par la technique des poudres, et les techniques expérimentales que nous avons utilisées pour une caractérisation microstructurale et micromécanique de la couche de borurée formée.

Dans le troisième chapitre, nous présentons les résultats des caractérisations microstructurale et micromécanique des couches borurées formées sur les aciers A60 et Z200CDV12 et la fonte FGS 40-15 après un traitement de boruration de 2, 4 et 6 h à 900, 950 et 1000°C. Et enfin, l'étude de la cinétique de diffusion du bore dans la couche borurée ($\text{FeB} + \text{Fe}_2\text{B}$).

Dans le dernier chapitre, on présente le modèle de simulation numérique du traitement thermo-chimique de boruration par la méthode des plans d'expériences.

On termine notre travail par une conclusion générale.

CHAPITRE 1

RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES SUR LE TRAITEMENT THERMOCHIMIQUE DE BORURATION DES ACIERS ET DES FONTES

1.1. Introduction.

Dans les industries mécaniques, ce sont surtout les surfaces d'organes de machines qui sont soumises à des sollicitations mécaniques sévères, de natures diverses telles que : usure, frottement et la fatigue. Il est donc nécessaire d'améliorer les performances mécaniques des couches externes des pièces par un traitement de surface approprié.

Les traitements superficiels ont essentiellement pour but un durcissement de la surface du métal pour une meilleure tenue à l'usure et au frottement, et de produire un système de contrainte de compression favorable à la tenue des pièces sollicitées en fatigue, tout en conservant une résilience à cœur.

On distingue trois (03) procédés de traitements superficiels :

- Traitement mécanique (ou écrouissage) : la déformation plastique localisée en surface du métal engendre la création des contraintes résiduelles de compression qui provoque ainsi l'augmentation de la dureté.
- Traitement thermique superficiel : il consiste à chauffer localement les couches superficielles des pièces à des températures du domaine austénitique et faire suivre d'un refroidissement suffisamment rapide pour qu'il y ait transformation martensitique.
- Traitement thermo-chimique de diffusion : c'est un traitement d'enrichissement de la couche superficielle du métal par diffusion d'un ou plusieurs éléments chimiques. Ce traitement apporte donc une modification de la composition chimique du métal de base.

Le traitement thermochimique en phase solide, utilisant la technique des poudres, date de l'année 1895 avec H. Moissan [1] qui a suggéré la boruration de l'acier. Par la suite, la Russie a mis pour la première fois cette application sur des outils de forage de puits profonds [2].

1.2. Importance d'un traitement thermochimique de boruration.

Le traitement de boruration des surfaces des pièces présente divers avantages par rapport aux autres traitements de durcissement superficiel tels que : la nitruration, la cémentation, la carbonituration...etc. Parmi ces avantages [3] sont :

- La dureté de la couche des borures de fer est comprise entre 1600 et 2000 HV, nettement supérieure à celle obtenue par les autres procédés de traitement (Figure 1-1).
- Les températures de fusion 1390 et 1550°C respectivement des borures Fe_2B et FeB permet de conserver la dureté des couches borurées à des températures élevées.
- La propriété de dureté élevée combinée à un faible coefficient de frottement des couches borurées permet à l'acier une bonne résistance à l'usure, provoquée par les phénomènes tels que : l'adhérence, l'abrasion, la tribo-oxydation ou la fatigue des surfaces.
- Les surfaces borurées ont une résistance modérée à l'oxydation pour des températures supérieures à 850°C et une résistance améliorée contre les métaux fondus.
- La boruration fait augmenter considérablement la résistance à la corrosion et à l'érosion des matériaux ferreux dans des milieux acides et bases diluées.
- Le traitement de boruration fait augmenter la durée de vie en fatigue et la performance en service des pièces sous environnement corrosif et oxydante.

1.3. Traitement thermochimique de boruration.

La boruration est un traitement thermochimique qui permet d'augmenter significativement la dureté de la surface et la résistance à l'usure des métaux

[4-7]. Elle consiste à faire diffuser le bore à travers la surface du substrat métallique. Comme le bore est un élément de taille relativement petite, il diffuse dans une variété de métaux, y compris les ferreux et la plupart des alliages réfractaires [8].

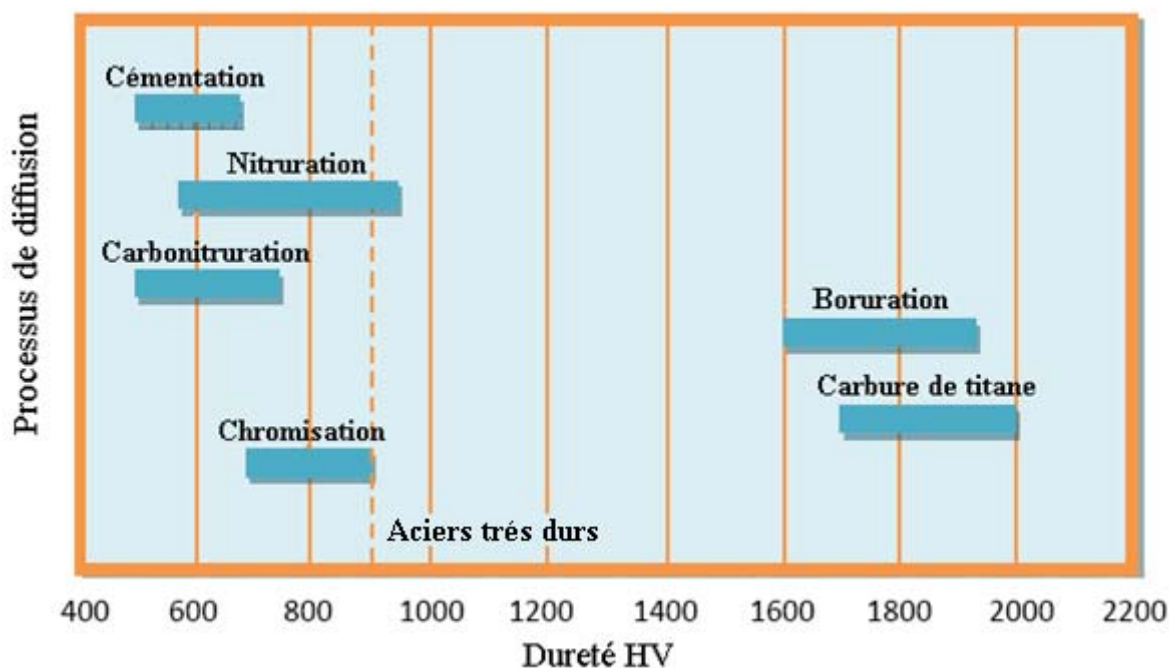


Figure 1-1: Duretés superficielles obtenues par les différents traitements de durcissement superficiel.

Les atomes de bore diffusés réagissent avec le matériau et forment des borures selon le diagramme d'équilibre Fe-Bore (Figure 1-2). La diffusion du bore dans le réseau cristallin du fer conduit à la formation de deux types de borures de fer (FeB et Fe_2B) [9].

La boruration est effectuée, généralement, dans l'intervalle de température 840 à 1050 °C par divers procédés et techniques.

- En phase solide, en utilisant des poudres [6] ou des pâtes [7].
- En phase liquide, en utilisant des sels fondus avec ou sans électrolyse [10-13].
- En phase gazeuse [14,15].

La composition chimique des agents de boruration couramment utilisés pour les processus de boruration à l'état solide, liquide ou gaz est donnée dans le

tableau 1-1. Le processus est basé sur la réaction entre l'agent de boruration et la surface de la pièce à traiter.

Etat de l'agent de boruration	Composition
Gazeuse	BF ₃ , BCl ₃ , BBr ₃ Pure ou avec hydrogène
	B ₂ H ₆ + hydrogène
	(CH ₃) ₃ B/(C ₂ H ₅) ₃ B
Liquide	Na ₂ B ₄ O ₇ (+ NaCl/ + B ₂ O ₃)
	HBO ₂ + NaF
	B ₄ C (+ NaCl/ + BaCl ₂ + NaBF ₄)
	Na ₂ B ₄ O ₇ + B ₄ C
	Fluorure fondu + les composés de bore solide
Solide	B ₄ C + Na ₃ AlF ₆ + éthyle silicate
	Ferrobore + Na ₃ AlF ₆ + silicate de sodium
	Bore amorphe + activateur
	Ferrobore + activateur
	B ₄ C + activateur

Tableau 1-1 : Composition chimique des agents borurants [16].

1.3.1. Boruration en phase gazeuse.

Les gaz susceptibles d'apporter le bore sont des halogénures de bore (BF₃, BCl₃, BBr₃) de B₂H₆, de triéthylbore ou de triméthylbore [17]. Ces procédés ne sont pas répandus dans l'industrie, à cause de la toxicité des gaz utilisés. Pour y remédier, l'emploi d'un gaz précurseur (B(OCH₃)₃), couplé à une technologie plasma a été proposés récemment [18].

Les avantages potentiels de la boruration en phase gazeuse sont donc la réduction de la main-d'œuvre et le recours à des procédés plus propres, par rapport aux procédés en phase solide.

Les inconvénients de ce procédé sont dûs essentiellement à la corrosion provoquée par les halogénures, qui conduit ainsi à des couches non compactes, le triméthylbore provoque une cémentation en même temps qu'une boruration.

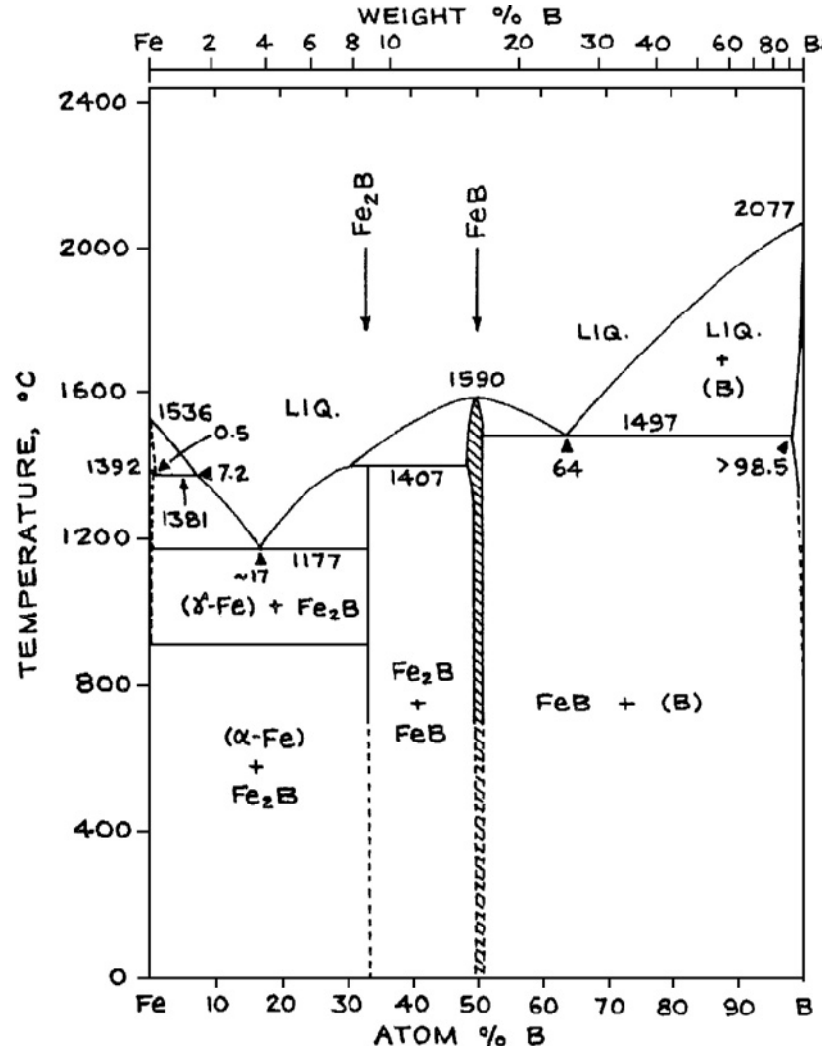


Figure 1-2 : Diagramme Fer-Bore [9]

1.3.2. Boruration en phase liquide.

1.3.2.1. Boruration avec électrolyse en bains de sels fondus.

Le principe de ce procédé est basé sur la différence de potentiel électrochimique entre la pièce et l'agent réducteur contenu dans le bain liquide de boruration. La pièce à revêtir est la cathode. Pour l'anode, il s'agit :

- Soit d'une anode inerte (platine ou graphite). Le bain est constitué de borax (+Na Cl / B₂O₃) [19] ou HBO₂+Na F.
- Soit de bore ou d'un composé solide contenant du bore, le tout plongé dans un bain de fluorures fondus [17].

Le processus de boruration électrolytique décrit par Ornig et Schaaber (1962) [32] se fait selon les réactions suivantes :

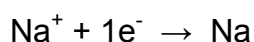
- a) Dissociation du borax par formation d'ions de sodium et de tétra-borate. Les ions de tétra-borate se déchargent à l'anode et se décomposent en trioxyde de bore et d'oxygène.



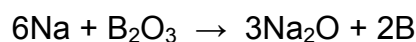
- b) L'oxygène se transforme en CO₂ au contact de l'anode en graphite.

- c) Le bore adsorbé sur l'échantillon se forme à la cathode d'après les réactions suivantes :

- Dépôt d'ions de sodium sur l'échantillon à borurer.



- Le sodium ainsi formé réduit le trioxyde de bore et libère du bore ainsi de l'oxyde de sodium :



1.3.2.2. Boruration sans électrolyse dans un bain de sels fondus.

Le principe de la boruration chimique se base sur la différence de potentiel électrochimique entre la pièce et l'agent réducteur contenu dans le bain de boruration.

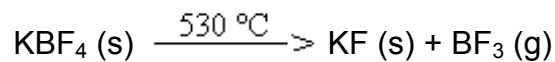
Le bain est constitué d'une source de bore B_4C et de $NaBF_4$ se décompose pour former BF_3 gazeux, dont le dégagement provoque une agitation du bain, qui permet à B_4C de ne pas rester au fond de la cuve et d'agir au contact de la surface à revêtir [17].

1.3.3. Boruration solide.

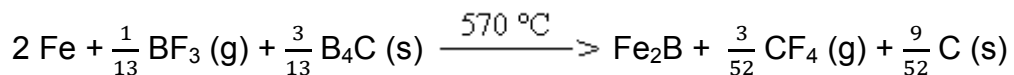
Ce procédé est le plus répandu industriellement, il présente un intérêt d'ordre technologique et économique. Il permet un choix entre la technologie des pâtes et celle des poudres. La boruration par la technique des pâtes permet d'obtenir des couches d'épaisseurs supérieures pour des traitements de durée identique [20].

Le mécanisme de boruration en caisse dans son ensemble est décrit dans un article récent dû à Spence et al [47].

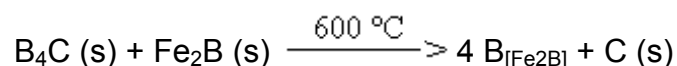
Au début du traitement, l'activateur se décompose selon :



Le gaz ainsi dégagé permet à l'acier, encore nu, de réagir avec B_4C selon :



Dès que la couche de Fe_2B s'est amorcée, BF_3 ne réagit plus directement avec l'acier, et la croissance de la couche se fait selon :



Le bore doit ensuite diffuser à travers Fe_2B , jusqu' à rencontrer l'acier. FeB peut aussi se former, selon la concentration en bore dans la zone la plus extérieure. Lorsque la concentration en bore reste voisine de 9 % en masse, on conserve Fe_2B . Pour approximativement 16 % massique de bore, la phase FeB apparaît, formant la double couche.

Pour limiter la formation de la couche FeB , on utilise généralement un diluant inerte (SiC). L'oxygène peut inhiber la boruration en consommant l'activateur [21].



1.3.3.1. Boruration avec la technique des pâtes.

Cette technique est utilisée pour une boruration partielle ainsi que dans le cas de grosses pièces.

La pâte est étalée uniquement sur les faces de la pièce à traiter, et le reste est protégé par un dépôt électrolytique de cuivre ou d'autres produits qui empêchent la diffusion du bore et inhibent la corrosion à haute température.

Les pâtes contiennent généralement une source active, riche en bore (B_4C , ferrobore ou bore amorphe), un activateur parmi KBF_4 , $NaBF_4$, $(NH_4)BF_4$, et un diluant inerte (Al_2O_3 ou SiC).

Le collage de la pâte sur l'échantillon après boruration représente l'inconvénient majeur de cette méthode [20].

1.3.3.2. boruration avec la technique des poudres.

Les pièces sont placées dans une caisse et immergées dans la poudre. La caisse est ensuite chauffée dans un four à moufle. La source de bore réagit avec l'activateur, parmi KBF_4 , $NaBF_4$, $(NH_4)BF_4$, pour libérer du bore, qui diffuse dans le substrat pour former des borures [22, 23, 17, 24].

Cette technique utilise comme source de bore soit :

- Carbure de bore.
- Bore amorphe
- Ferrobore.

L'utilisation du bore amorphe et ferrobore dans la technique des poudres est actuellement abandonnée pour causes : le ferrobore pur ne peut être fabriqué industriellement, et le bore amorphe est d'un coût relativement élevé.

Le carbure de bore n'est pas plus cher que le ferrobore ramené à la teneur du bore et sa composition est plus constante dans le temps.

La composition chimique des poudres de carbure de bore les plus commercialisées sont données par le tableau 1-2.

Le carbure de silicium agit comme un diluant qui contrôle le flux de bore actif, les autres composés agissent comme des activateurs (les substances qui induisent la réaction de bore dans le substrat ferreux pour la formation d'une couche de borure) [25].

Type	B ₄ C (%)	SiC (%)	KBF ₄ (%)	Na ₂ CO ₃ (%)	Na ₂ B ₄ O ₇ (%)
1	5	90	5	/	/
2	50	45	5	/	/
3	85	/	/	15	/
4	95	/	/	/	5
5	84	/	/	/	16

Tableau 1-2 : composition chimique des poudres de carbure de bore

D'après H. P. Kehrer [26], une poudre, possédant comme source de bore du carbure B₄C, comme activateur du fluoroborate de potassium (KBF₄) et comme diluant inerte, du carbure de silicium (SiC), permet d'obtenir des couches monophasées, c'est à dire la phase préférentielle Fe₂B ou du moins réduire de manière considérable la proportion de la phase FeB.

1.4. Caractéristiques de la couche borurée.

La couche borurée des alliages ferreux est généralement composée de deux sous-couches ; les régions externes et les régions internes sont riches en FeB et Fe₂B respectivement [27, 28].

L'épaisseur et la proportion de chacun de ces borures dépendent de la proportion en bore dans l'environnement, la température et le temps de traitement. Ainsi la couche borurée obtenue est soit monphasé (Fe₂B) ou biphasé (FeB et Fe₂B). L'épaisseur de la couche borurée peut atteindre 200 µm.

En général, une couche monophasée de borure (Fe₂B) est préférable à la couche borurée biphasée pour deux raisons principales :

- La fragilité importante de la phase FeB,
- La grande différence entre les coefficients de dilatation thermique des deux types de borures. En effet, FeB a un coefficient de dilatation thermique de $23 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ pour des températures entre 200 et 600 $^\circ\text{C}$, alors qu'elle est de $7.85 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ pour Fe₂B pour la même gamme de température [29].

La zone de diffusion, sous la couche de boruration, est quasi-inexistante ; ceci est dû à la solubilité de bore dans le fer qui est très faible [30].

L'épaisseur de la couche obtenue dépend largement de la température dans laquelle le processus a lieu, et le temps de traitement.

1.4.1. Propriétés physique, chimique et mécanique de la couche borurée.

Les borures de fer sont susceptibles de générer une forte porosité à haute température de traitement. L'oxygène dans l'atmosphère de traitement réagit avec la composition de l'agent borurant B₄C pour former du CO et un oxyde de bore B₂O₃ consommant ainsi le bore actif et entravent le processus de boruration [31]. La porosité sert de point de concentration des contraintes, sa présence alors en proportion importante dans la couche borurée provoque une diminution des propriétés mécaniques. Afin de minimiser la présence de cette porosité, il est nécessaire de réaliser des traitements dans des fours à atmosphère contrôlée.

Un des principaux avantages des traitements thermochimiques de boruration est d'atteindre des valeurs de dureté d'environ 2000 HV avec la phase Fe₂B, ce qui peut représenter une valeur supérieure à tout autre traitement thermochimique conventionnel (nituration ou cémentation). La morphologie de la couche borurée en dents de scie contribue sensiblement à augmenter l'adhérence avec le substrat. La combinaison d'un faible coefficient de frottement et une dureté élevée contribue à la lutte contre la fatigue par abrasion, et l'oxydation.

Les propriétés chimiques et mécaniques des borures de fer sont données par le tableau 1-3.

Propriétés	FeB	Fe ₂ B
Densité (g/cm ³)	6.75	7.43
Coefficient de dilatation thermique (°C ⁻¹)	23x10 ⁻⁶ Pour T=200 à 600 °C	7.85x10 ⁻⁶ Pour T=200 à 600 °C
Microdureté (Hv)	1900 à 2200	1800 à 2000
Module d'élasticité (GPa)	590	285 à 295
Résistance à la fatigue		Augmentation jusqu'à 33% pour des couches d'épaisseurs de 40 µm
	<ul style="list-style-type: none"> - Résistance à la corrosion dans un milieu oxydant d'acide non alcalin. - Résistance à l'usure. 	

Tableau 1-3 : Propriétés chimiques et mécaniques des borures de fer [32, 33, 34].

1.4.1.1. Phase borurée FeB.

La phase FeB est un composé interstitiel qui possède une structure cristalline orthorhombique, dont les paramètres de maille sont [35] :

$$a = 4.057 \text{ \AA}, \quad b = 5.502 \text{ \AA}, \quad c = 2.948 \text{ \AA}$$

La maille élémentaire est composée de huit (08) atomes dont quatre (04) du bore (Figure 1-3).

1.4.1.2. Phase borurée Fe₂B.

Le borure Fe₂B est aussi un composé interstitiel qui cristallise selon un réseau quadratique centré. Les paramètres de la maille sont [35] :

$$a = 5.110 \text{ \AA}, \quad b = 5.110 \text{ \AA}, \quad c = 4.249 \text{ \AA}$$

La maille élémentaire est composée de douze (12) atomes, dont huit (08) du fer et quatre (04) de bore (Figure 1-4).

1.5. Mécanismes de formation de la couche borurée [36].

Au début du processus de boruration lorsque la concentration du bore adsorbée est suffisante, un film continu de la phase FeB est produit. La croissance de la phase FeB dépend de la diffusion du bore à travers cette phase pour atteindre l'interface FeB/Fe, d'où résulte la formation et la croissance de la phase Fe₂B à l'interface avec le substrat.

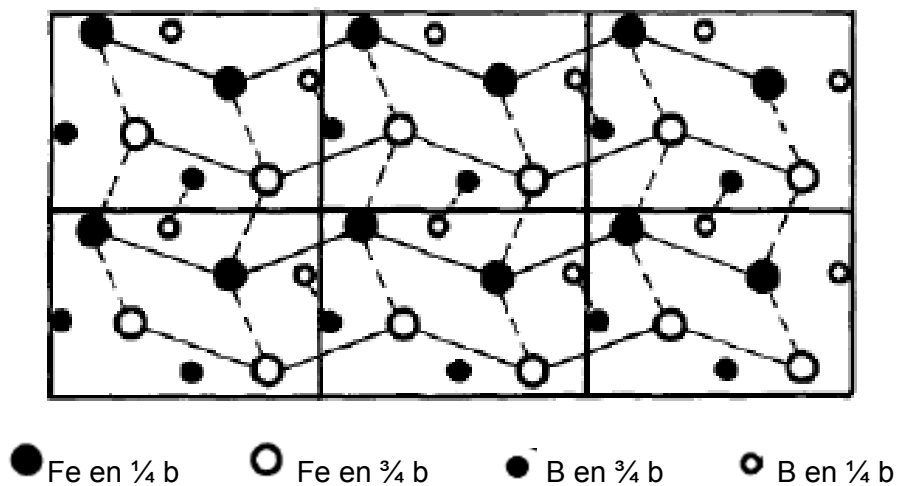


Figure 1-3: Structure de la phase FeB projetée sur le plan cristallographique (010)

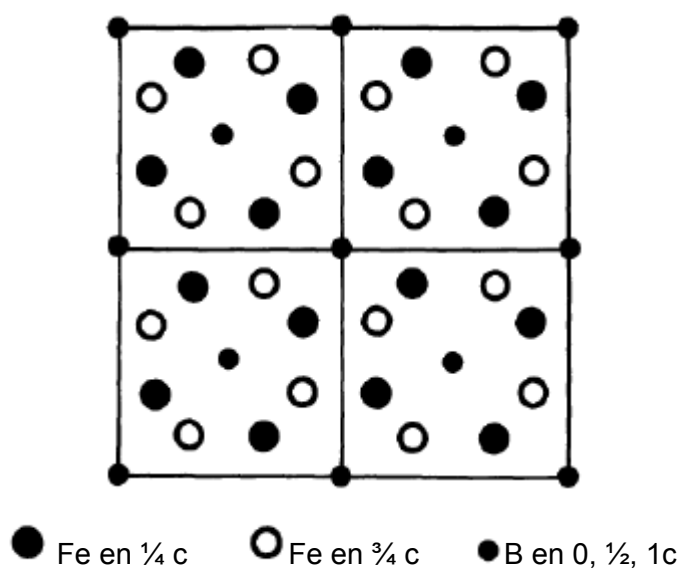


Figure 1-4: Structure de la phase Fe_2B projetée sur le plan cristallographique (001)

L'épaisseur de la phase FeB augmente tant que la concentration en bore adsorbé est supérieure à la limite inférieure de formation de cette phase, comme le processus de boruration est continu et que la concentration en bore diminue ; alors lorsqu'il atteint la limite inférieure de formation de la phase FeB, la croissance de cette dernière s'arrête alors la croissance de la phase Fe₂B continue au détriment de la phase FeB. A partir de cet instant, l'épaisseur globale de la couche (FeB+ Fe₂B) continue d'augmenter, et l'épaisseur de la couche FeB diminue.

Finalement, la croissance de la phase Fe₂B s'arrête quand la phase FeB est consommée complètement, et la concentration effective du bore est inférieure à la limite inférieure de la formation de la phase Fe₂B.

1.6. Influence des éléments d'alliages sur la boruration des aciers.

Les propriétés mécaniques des aciers borurés dépendent fortement de la composition et de la structure des couches borurées. La structure de la couche borurée peut prendre la forme :

- Couche borurée en dents de scie : elle est observable dans le cas du fer pur, acier non allié à bas carbone ou d'un acier faiblement allié.
- Couche borurée à interface plane : elle est observable dans le cas des aciers à forts pourcentages en éléments d'alliages [37].

La figure 1-5 montre l'effet des éléments d'alliages sur l'évolution de la couche borurée des aciers. Ils ont principalement pour effet de retarder la croissance de la couche borurée provoqué par la diffusion restreinte du bore dans l'acier en raison de la formation d'une barrière de diffusion [38].

Le carbone ne se dissout pas d'une manière significative dans la couche de borure et ne peut pas diffuser à travers la couche de borure. Au cours de la boruration le carbone est entraîné de la couche de borure vers la matrice et forme la borocémentite Fe₃ (B, C).

Comme le carbone, le silicium et l'aluminium, insolubles dans la couche de borure, sont déplacés par le bore vers le substrat, ils peuvent former ainsi des silicoborures de fer : $\text{FeSi}_{0.4}\text{B}_{0.6}$ et Fe_5SiB_2 sous la couche Fe_2B .

Ces éléments réduisent la résistance à l'usure normale de la couche borurée [39], elles produisent une ferrite sensiblement plus douce sous la couche de borure que celle du cœur [40].

La présence de nickel en concentration élevée dans les aciers réduit l'espace entre les structures des dents et la profondeur des borures. Le nickel se trouve concentré dans la couche FeB sous forme de précipité Ni_3B [41, 42, 43, 44]. Il sépare fortement la surface de la zone sous jacente à la couche Fe_2B . Ceci est très prononcé dans les aciers Fe-14Ni et inoxydables austénitiques.

Le chrome modifie considérablement la structure et les propriétés des borures de fer. Pour des teneurs considérables en chrome, des améliorations progressives dont les effets suivants sont observés : formation de produits riches en bore, diminution de la profondeur de borure et un aplatissement de l'interface (couche borurée / substrat) [45].

Le manganèse n'affecte pas les couches borurées, il se dissout dans le borure Fe_2B plutôt que dans le borure FeB [49].

La substitution partielle du fer par du molybdène dans les deux borures FeB et Fe_2B entraîne la formation des complexes de type $(\text{Fe}, \text{Mo})\text{B}$ et $(\text{Fe}, \text{Mo})_2\text{B}$. Ces composés entravent la croissance de la couche borurée obtenue, leur dureté est proportionnelle à la teneur en molybdène [49].

1.7. Cinétique de la diffusion du bore dans les métaux.

Les traitements thermochimiques de durcissement superficiel, utilisant des éléments diffusants tels que : le carbone, l'azote ou le bore respectivement dans les traitements de cémentation, de nitruration ou de boruration, s'effectuent par un mécanisme de diffusion des atomes étrangers en solution solide d'insertion.

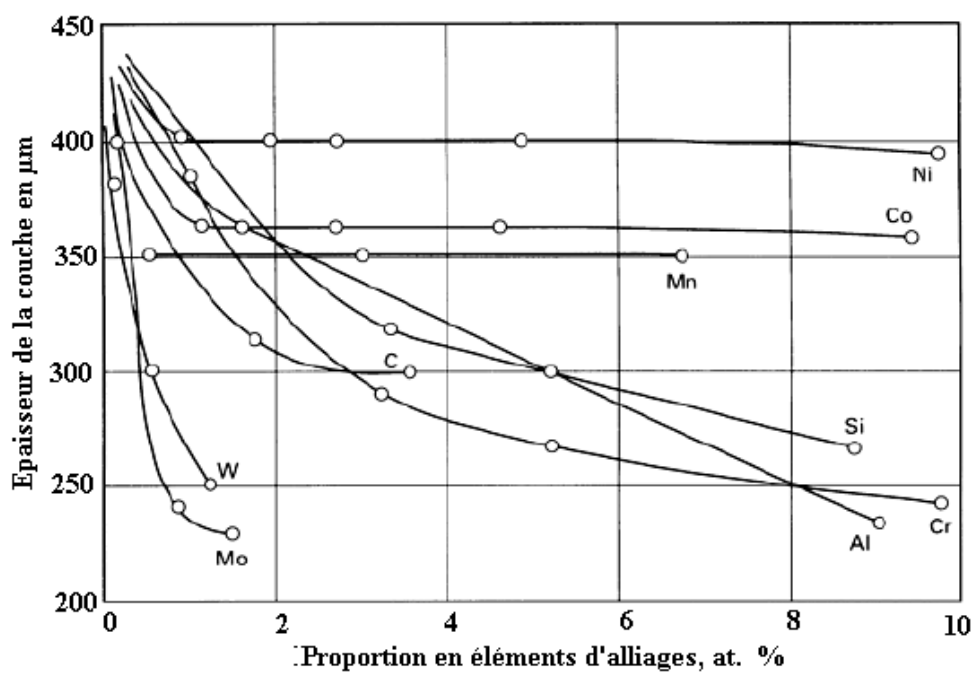


Figure 1-5: Effet des éléments d'alliages sur la couche borurée des aciers [38,45]

La diffusion des atomes en solution solide d'insertion dans un cristal ne requiert pas la présence des lacunes. Le déplacement de l'atome se fait selon l'orientation de la vibration et la direction du site semblable voisin. A cet effet, l'atome doit posséder une énergie d'activation Q_a nécessaire pour écarter les atomes de leur position d'équilibre, et qui se trouvent sur la trajectoire du site voisin.

1.7.1. Lois de Fick.

L'évolution de la fraction massique de l'élément diffusant en fonction de la profondeur de la couche peut être décrite par des lois de diffusion établies par Fick.

1.7.1.1. Première lois de Fick.

La diffusion de l'élément diffusant dans les aciers peut être décrite par une loi donnant la densité du flux net de diffusion.

Ce flux net, J_D , par unité de surface et de temps [at / m² s] est déterminé par l'équation de la première loi de Fick dans le cas où la diffusion est unidirectionnelle :

$$J_D = -D \frac{\partial c}{\partial x} \quad (1-1)$$

D : Coefficient de diffusion, exprimé en [cm² s⁻¹].

$\frac{\partial c}{\partial x}$: Gradient de concentration en [at. m⁻³], calculé selon la direction du flux net de diffusion.

(-): Le signe vient du fait que le flux de diffusion se fait d'une zone riche vers une zone pauvre en soluté.

Cette loi reste insuffisante dans le cas des traitements thermochimiques des aciers, puisqu'elle ne tient compte que de la diffusion en régime stationnaire, c'est-à-dire, où le gradient de concentration en un point du solide reste constant dans le temps.

Le coefficient de diffusion D est caractéristique d'une mobilité à une température définie. Ce phénomène, lié à l'agitation thermique des atomes, varie avec la température. Il obéit, par conséquent, comme tous les phénomènes activés thermiquement, à une relation exponentielle du type Arrhenius :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_a}{RT}\right) \quad (1-2)$$

Q_a : énergie d'activation de la diffusion (KJ mole^{-1}),

D_0 : constante (m^2 / s),

R : constante des gaz parfaits ($8.314 \text{ JK}^{-1}\text{mole}^{-1}$),

T : température absolue (K).

1.7.1.2. Deuxième lois de Fick.

La seconde loi de Fick nous permet de connaître la variation de la concentration de l'espèce diffusante en fonction du temps et de la distance :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial c}{\partial x} \right) \quad (1-3)$$

Comme le coefficient de diffusion D est indépendant de x et de t , l'équation devient :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (1-4)$$

L'équation (1-4) est une équation aux dérivées partielles de second ordre, sa résolution requiert la connaissance des conditions initiales et des conditions aux limites suivantes :

- $t = 0, C = C_0$ pour $0 \leq x \leq \infty$
- $t > 0, C = C_s$ pour $x = 0$
- $C = C_0$ pour $x = \infty$

Dans le cas d'un milieu semi-infini, la solution de l'équation (1-4), en tenant compte des conditions aux limites ci-dessus, est donnée par l'expression suivante :

$$\frac{C_x - c_0}{c_s - c_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (1-5)$$

D'où,

$$c(x, t) = c_0 \left[1 - \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \right] \quad (1-6)$$

$C(x,t)$: concentration à la distance x pendant le temps t .

$\operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right)$: fonction erreur.

C_0 : concentration en surface.

\sqrt{Dt} : représente la profondeur de diffusion effective de l'espèce diffusante.

1.7.2. Boruration des aciers.

Lorsque la limite de solubilité du bore dans la matrice ferritique est atteinte, il y a formation des précipités, les lois de la diffusion classiques ne suffisent pas pour décrire l'évolution de la répartition du bore dans la couche borurée.

La profondeur efficace de boruration est définie par une valeur numérique très utilisée industriellement, en utilisant un essai de microdureté. Ceci n'est qu'une approximation, il faudrait en fait déterminer la fraction massique du bore en fonction de la profondeur pour connaître l'étendue de la zone affectée par la boruration. Mais l'analyse des profils de bore est difficile à réaliser.

L'analyse d'un profil de microdureté permet de définir la profondeur efficace de boruration comme étant l'épaisseur pour laquelle la couche borurée présente une différence ΔHV arbitrairement choisie entre la couche superficielle et celle du cœur [46].

La profondeur efficace de boruration dépend essentiellement de la température à laquelle le processus est réalisée et du temps de traitement. La croissance de la couche obéit à la théorie de la diffusion standard, c'est-à-dire, une loi de croissance parabolique.

$$x = k \sqrt{t} \quad (1-7)$$

Avec :

x : épaisseur de la couche (μm).

k : constante de diffusion ($\mu\text{ms}^{-1/2}$).

t : temps de traitement (s).

1.8. Applications industriels de la boruration des aciers.

L'amélioration des propriétés physico-chimiques des pièces par le traitement de boruration fait que, actuellement ce dernier est utilisé sur une grande variété de pièces à l'échelle industrielle. Les applications les plus intéressantes sont données dans le tableau 1-4.

Nuance	Applications
A33	Anneaux de filage d'aciers, douilles pour guide-fils en acier, câbles en acier, boulons, guide-fil.
C45	Anneaux de guidage, disques de meulage, boulons.
XC42	Eléments de roulis, galets, boulons.
16MC5	Roues dentées hélicoïdales, barres et colonnes de guidage.
42CD4	Outils de presse et des matrices, vis et fourreaux de l'extrudeuse, galets, clapets anti-retour.
Z200C12	Outils de presse, mandrins, poinçons, matrices
Z160CDV12	Poinçons et matrices de pressage, cylindres de pressage et mise en forme, rouleaux filetés.
Fonte grise et ductile	Pièces pour machines textiles, mandrins, moules, manches

Tableau 1-4: Applications industrielles des aciers borurés [3].

CHAPITRE 2

MOYENS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

2.1. Introduction

Ce chapitre est consacré aux différentes techniques utilisées pour l'investigation du traitement thermochimique de boruration par les poudres, qui a été réalisé sur les aciers A60, Z200CDV12 et la fonte FGS 400-15.

On a commencé, d'abord, par la présentation des matériaux utilisés pour le traitement thermochimique de boruration, puis on a décrit la méthodologie et les conditions opératoires qui nous ont permis d'obtenir le durcissement superficiel des matériaux par la formation des couches borurées.

La caractérisation des couches borurées a été réalisée par des méthodes expérimentales adéquates. La morphologie des couches borurées a été examinée à l'aide d'un microscope optique, et la dureté a été déterminée à l'aide d'un microduromètre Vickers de marque Zeiss type MHT-10.

La couche borurée (FeB et Fe₂B) a été examinée à l'aide d'un microscope électronique à balayage. La nature des phases FeB et Fe₂B a été confirmée la diffraction aux rayons X.

2.2. Présentation des matériaux.

Nous présentons les matériaux que nous avons retenus pour notre étude. Ils sont sélectionnés parmi les nuances les plus utilisées à l'échelle industrielle. Ce choix est motivé par le processus du TTC de boruration en phase solide des métaux ferreux, complétée par l'étude de l'effet de la composition chimique.

La nuance A60 est retenue parmi les aciers n'ayant aucune addition volontaire en éléments d'alliages (aciers non alliés), la nuance Z200CDV12 parmi

les aciers fortement alliés et la fonte FGS 400-15 pour mettre en évidence l'effet du carbone sur la cinétique de diffusion du bore.

2.2.1. La nuance A60.

La nuance A60, désignée selon la norme française NF A 35-573/4, est un acier non allié d'usage courant, dont la résistance maximale à la traction est de 60 daN/mm². Cette nuance est destinée pour fabriquer des pièces soumises à de fortes pressions de surface comme les vis sans fin, les pignons, clavettes, axes, bagues....Selon la norme européenne EN 10027, cette nuance est représentée par la lettre E suivi de la limite élastique minimale 335 MPa (E335).

La teneur en carbone de la nuance étudiée A60 a été déterminée par analyse d'images en mesurant le taux de perlite. La teneur en phosphore et en soufre sont donnés en pourcentage massique dans le tableau 2-1 selon la norme française NF A 35-573/4.

C	P	S
0.1	0.045	0.045

Tableau 2-1 : Composition chimique de la nuance A60 (en % de masse).

2.2.2. La nuance Z200CDV12.

La nuance Z200CDV12 (NF A 35-590) est remplacée actuellement dans les normes européennes EN 10027 par la nuance X153CrMoV12. La résistance à l'usure de cette nuance d'acier est obtenue par de fortes additions de chrome qui, simultanément, fait augmenter sa capacité de trempe. Cette nuance trouve son utilisation principalement dans la fabrication des outils travaillant à froid.

La composition chimique de la nuance Z200CDV12 est donnée selon la norme NF A 35-590 (tableau 2-2).

C	Cr	Mo	V	Mn	W	Si	Ni	Cu	P	S
2.00	12.46	0.54	0.65	0.37	0.28	0.20	0.26	0.10	0.02	0.001

Tableau 2-2 : Composition chimique de la nuance Z200CDV12 (en % de masse).

2.2.3. La fonte FGS 400-15.

La fonte à graphite sphéroïdal appelée aussi fonte ductile, est un alliage de fonderie à base de fer dans lequel le carbone libre est transformé en graphite sous la forme de particules sphériques par les additions, généralement, du manganèse dans le bain de fonte liquide. Ces fontes sont destinées particulièrement aux pièces soumises à des conditions mécaniques très sévères, telles que les engrenages, les vilebrequins, les matrices d'emboutissage, les cardans de transmissions, etc...

Les fontes à graphite sphéroïdal sont désignées, selon la norme AFNOR NF A 32-201, par le symbole FGS suivi de la valeur minimale de la résistance à la traction exprimée en N/mm² suivi d'un tiret et de la valeur minimale de l'allongement exprimé en pourcentage.

La fonte FGS 400-15, utilisée dans notre étude, a été coulée à la division de fonderie de Rouiba à la température de 1450 °C, la teneur en proportion massique des éléments de la composition est donnée dans le tableau 2-3.

C	Si	Mn	S	P	Cu	Autres
3.66	2.85	0.19	≤ 0.02	≤ 0.06	≤ 0.2	traces

Tableau 2-3 : Composition chimique de la fonte FGS 400-15 (en % masse)

2.3. Traitement thermochimique de boruration.

Le durcissement superficiel des nuances A60, Z200CDV12 et la fonte FGS 400-15 a été réalisé par l'application du traitement thermochimique de boruration sur des échantillons ayant la forme d'un cube de 1cm de coté. Le traitement a été réalisé en phase solide à l'aide d'une poudre élaborée à l'académie polytechnique de Biélorussie.

2.3.1. Poudre de boruration.

Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) montrent que la poudre de boruration utilisée est composée de particules présentant une hétérogénéité de taille et de forme (Figure 2-1). La nature et la proportion des

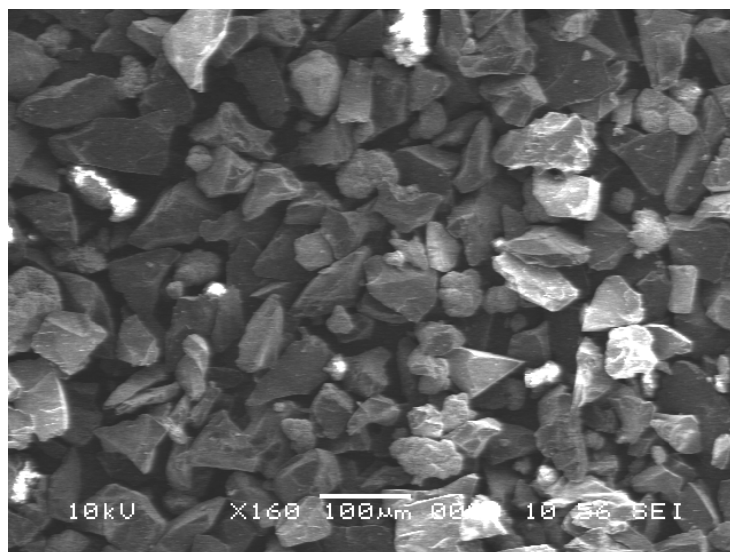


Figure 2-1: Micrographie MEB de la morphologie de la poudre de boruration

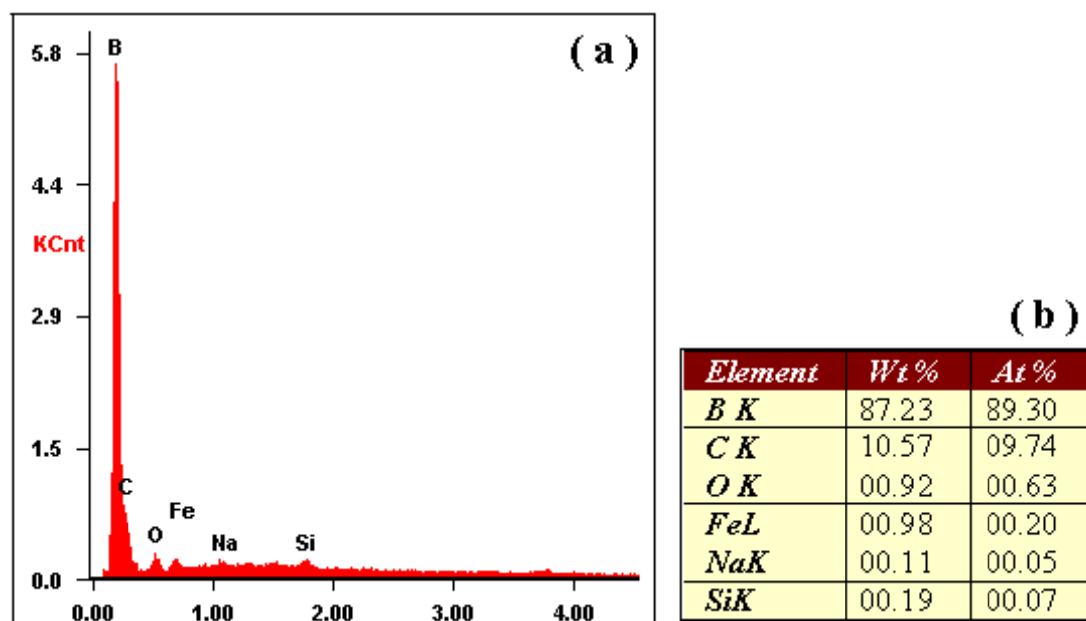


Figure 2-2 : Analyse par EDS de la composition chimique de la poudre de boruration: (a) Analyse qualitative et (b) Analyse quantitative.

éléments constituant cette poudre, données par la figure 2-2(a et b), ont été analysées par spectrométrie à sélection d'énergie (EDS). Elle est composée principalement du carbure de bore qui sert de source de bore, d'oxyde de sodium de fer comme diluant et de la silice comme activateur [22, 23, 17, 24].

2.3.2. Procédé de boruration.

Le traitement thermochimique de boruration en phase solide a été effectué au laboratoire de traitement de surface et matériaux à l'université de Blida, selon les conditions de température et de temps donnés dans le tableau 2-4 suivant.

Température (°C)	Temps (h)		
900	2	4	6
950	2	4	6
1000	2	4	6

Tableau 2-4 : Conditions du TTC de boruration

Les échantillons, utilisés pour le TTC de boruration, sont découpés en cubes de 1cm d'arête (Figure 2-3c). Par la suite, on a introduit un échantillon de chaque nuance dans un conteneur en acier rempli de poudre de boruration, rendu étanche par le soudage des bouchons des deux extrémités (Figure 2-3a et b) pour une protection contre l'oxydation et l'échappement des gaz actifs. Le conteneur a été mis dans un four à résistance porté à la température de traitement.

2.4. Caractérisation métallographique de la couche borurée.

La caractérisation métallographique de la couche borurée a nécessité au préalable une préparation des échantillons.

2.4.1. Préparation des échantillons.

La préparation des échantillons destinés à l'étude microscopique comprend plusieurs étapes.

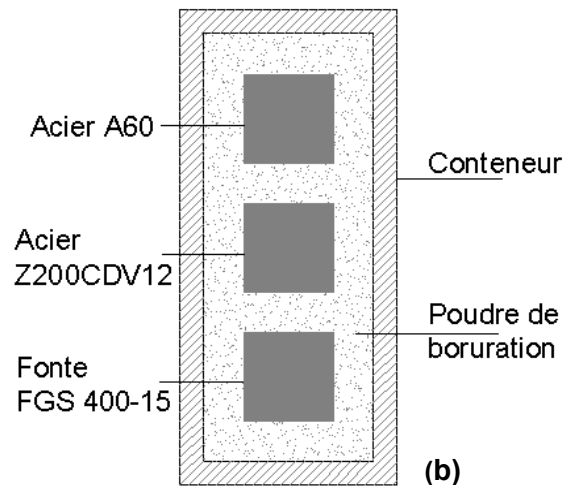


Figure 2-3: Dispositif de boruration des échantillons: (a) Conteneur des échantillons, (b) disposition des échantillons dans le conteneur et (c) Echantillon boruré sur six (06) facettes.

2.4.1.1. Prélèvement des échantillons.

Les échantillons de traitement sont découpés en cubes de dimensions de $1 \times 1 \times 1 \text{cm}^3$.

La découpe des échantillons de la nuance Z200CDV12 a été effectuée sur une micro-tronçonneuse après fraisage du barreau cylindrique aux dimensions de $1 \times 1 \text{cm}^2$. Les échantillons de la nuance A60 et la fonte GS ont été découpés à l'aide de la micro-tronçonneuse respectivement à partir de barreaux parallélépipédiques et cylindriques.

2.4.1.2. Enrobage.

L'enrobage permet de limiter les effets de bords pendant l'étape de polissage et de réunir plusieurs échantillons dans un porte-échantillons lors d'un polissage automatique.

Les échantillons sont enrobés dans une résine en poudre phénolique. La résine est chauffée à une température de 250°C sous une pression constante du piston pendant quelques minutes, et après refroidissement l'enrobage est ainsi durci.

2.4.1.3. Polissage mécanique.

Le polissage mécanique des échantillons est entièrement automatique. Les échantillons sont montés sur un plateau tenu par un bras perpendiculaire et le polissage s'effectue par différence de vitesse de rotation entre le bras et le plateau supportant le papier abrasif. Il s'effectue généralement en deux étapes :

- Etape 1 : un pré-polissage est réalisé avec du papier émeri de granulométries successives de : 180, 400, 600 et 1000 sous une pression constante. Le pré polissage est utilisé avec une lubrification par l'eau pour éviter l'échauffement de l'échantillon et éliminer les copeaux et les abrasifs usés.

- Etape 2 : La finition est réalisée, sous une très faible pression, par un polissage très fin en utilisant une poudre d'alumine en suspension dans l'eau sur un papier en feutre. La granulométrie utilisée est de 0,05 micromètre.

2.4.2. Examen au microscope optique (MO).

La métallographie des échantillons borurés a été effectuée sur une surface parallèle au déplacement de l'élément diffusant (bore), en utilisant un microscope optique de marque Carl Zeiss type Axio teck 100 du centre de recherche nucléaire de Draria (CRND). Les objectifs 20 et 50 donnant respectivement des grossissements de 200 et 500 fois permettent une meilleure description de la microstructure.

Les micrographies de la couche borurée ont été réalisées en mode contraste interférentiel différentiel du MO, et numérisées par une camera de marque AxioCam par l'intermédiaire d'une carte d'acquisition incorporée dans un micro-ordinateur.

Le microscope optique peut atteindre des grossissements de 1000 fois avec un objectif de 100, et permet des observations avec 03 types de contrastes :

- Fond clair : c'est le mode le plus couramment utilisé en MO, il permet d'examiner des préparations opaques comme des coupes polies et des wafers.
- Fond noir : Ce procédé se prête particulièrement à l'inspection des surfaces techniques. Il permet de discerner les parties les plus fines en dessous de la limite de résolution du microscope.
- Contraste interférentiel différentiel (DIC) : Ce procédé est basé sur des phénomènes de polarisations optiques et se prête ainsi fort bien à la visualisation d'infimes dénivelés de surfaces.

La camera, associée au MO, fournit des images (en niveaux de gris) qui peuvent atteindre des résolutions de 3900 x 3090 pixels et des grossissements globaux allant jusqu'à environ 12 000 fois, en utilisant un objectif de 100.

2.4.3. Examen au microscope électronique à balayage (MEB).

La morphologie et la microstructure des couches borurées ont été observées avec un microscope électronique à balayage JEOL JSM-6360 LV du centre de développement des technologies avancées (CDTA). Les phases composant la couche borurée (FeB et Fe₂B) ont été mises en évidence par l'utilisation du mode d'électrons rétrodiffusés au MEB, et confirmées par des analyses ponctuelles au spectromètre à sélection d'énergie (EDS)

2.4.3.1. Microscope électronique à balayage.

Les électrons issus du filament à effet de champs sont focalisés et accélérés vers la surface de l'échantillon. Ces électrons dits « primaires », accélérés entre 0.1 et 30 KeV, balaye point par point la surface de l'échantillon.

Les images du MEB sont formées par des électrons secondaires ou des électrons rétrodiffusés selon le mode de fonctionnement utilisé. Ces électrons sont générés par l'interaction entre les électrons primaires et la surface de l'échantillon.

- Le mode en électrons secondaires : les électrons secondaires, d'énergies inférieures à 50 eV, sont émis au voisinage de la surface d'une profondeur limitée de l'ordre de 10 nm. Ces électrons sont le résultat de l'interaction élastique entre les électrons incidents et les électrons des atomes de la cible. Avec ce mode, les images formées nous renseignent sur la topographie de la surface.
- Le mode en électrons rétrodiffusés : les images en contraste de composition chimique (ou atomique) sont à l'origine des électrons rétrodiffusés qui proviennent d'une profondeur plus importante que les électrons secondaires, environ entre 100 et 200 nm, d'énergies voisines des électrons primaires. Les électrons rétrodiffusés sont issus de l'interaction inélastique entre les électrons incidents et les électrons des atomes de l'atome de la cible.

2.4.3.2. Microsonde électronique EDS.

Le bombardement électronique à des énergies supérieures aux énergies de liaison des électrons de la cible provoque plusieurs effets, dont l'un des effets consiste en une émission des rayons X caractéristiques des éléments constituant l'échantillon.

Le spectromètre de dispersion en énergie EDS (Energy Dispersive Spectrometer) fonctionne par conversion de l'énergie du photon en paires électron-trou dans une diode, constituée par un cristal de silicium dopé au lithium Si(Li). Lorsqu'un photon X pénètre dans le détecteur, il engendre des paires électron-trou qui permettent le passage d'un courant électrique sous forme d'une impulsion. La hauteur de chaque impulsion étant proportionnelle à l'énergie de chaque photon.

L'analyse EDS permet ainsi de connaître la composition élémentaire qualitative et quantitative d'un échantillon, par discrimination des énergies et comptage des photons X émis par la région bombardée par le faisceau d'électrons.

2.4.4. Mesure de l'épaisseur de la couche borurée.

La morphologie des couches borurées après un traitement thermo-chimique de boruration est sous forme aciculaire, la mesure de cette couche par la technique d'analyse d'images est rendue difficile. A cet effet ; pour donner une mesure significative de l'épaisseur de la couche de boruration on prend, au microscope optique, la longueur moyenne d'au moins cinquante (50) aiguilles (figure 2-4), cette valeur moyenne définie par e sera prise comme valeur de l'épaisseur de la couche borurée en microns (μm).

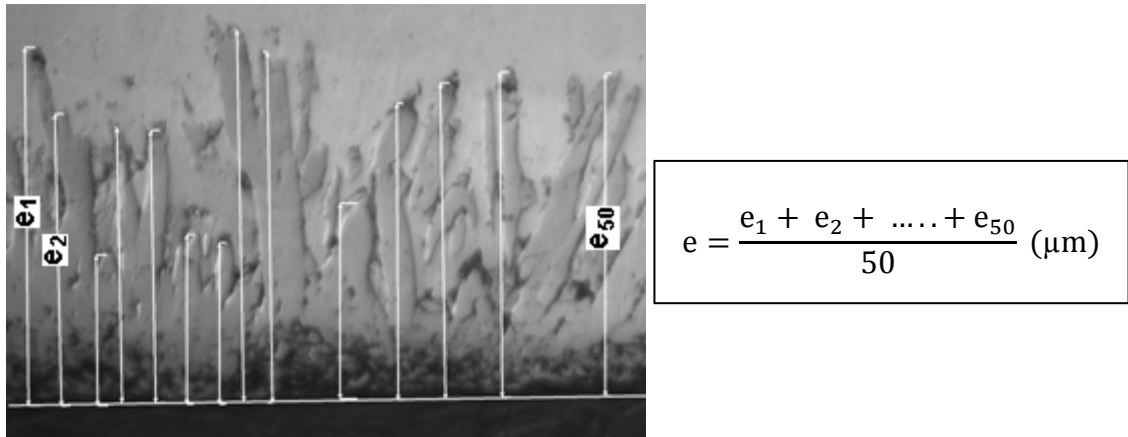


Figure 2-4 : Méthode de mesure de la couche borurée

2.5. Caractérisation micromécanique.

La caractérisation micromécanique de la couche de boruration a été réalisée par des profils de microdureté, distant à des intervalles plus ou moins réguliers de 10 μm , depuis la surface jusqu'au cœur de l'échantillon.

Les essais de microdureté Vickers ont été réalisés au centre de recherche nucléaire de Draria (CRND), à l'aide d'un microduromètre Zeiss type MHT-10. Les essais sont réalisés selon des conditions établies par la norme ASTM. E384-99 [48], en utilisant une charge de 0.15N.

L'essai consiste à imprimer sur la surface de la pièce à tester un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée d'angle au sommet 136° sous une charge F , et à mesurer les empreintes des diagonales laissées sur la surface après suppression de la charge.

Les conditions opératoires de l'essai sont :

- Temps d'application de la charge : 5 s
- Vitesse de l'indenteur au contact de l'échantillon jusqu'à atteindre la charge utilisée : 70 $\mu\text{m/s}$
- La charge est appliquée avec une vitesse de 1N/s.

Le nombre de microdureté (Hv) est donné par la relation suivante :

$$Hv = \frac{P}{d^2} \cdot 1854,5 \quad (2-1)$$

P : charge appliquée en (N)

d : Longueur moyenne des deux diagonales de l'empreinte en micromètre (μm).

2.6. Caractérisation des borures par la diffraction des rayons X.

Pour connaître la nature et la structure des phases constituant la couche de TTC de boruration des nuances étudiées (A60, Z200CDV12 et la fonte GS), un échantillon de chaque nuance a été analysé par la diffraction des rayons X, après avoir subi un TTC de boruration à 1000 °c pendant 6 h.

Les analyses radiocristallographiques des nuances A60, Z200CDV12 et la fonte FGS 400-15 ont été réalisées à l'aide d'un diffractomètre à rayons X à l'Université M'Hamed Bougara de Boumerdes.

Le diffractomètre utilisé, de marque Philips, est relié à un ordinateur pour une automatisation des déplacements angulaires et des enregistrements. Il est équipé d'une anticathode en cuivre, qui sert de source des rayons X sous l'effet d'un bombardement par des électrons mis au potentiel de 40KV. L'anticathode en cuivre émet les rayonnements « K_α » et « K_β ». La raie K_α du cuivre de longueur d'onde $\lambda=0.15406$ nm est sélectionnée à l'aide d'un monochromateur et la raie K_β est absorbée par un filtre en nickel.

2.6.1. Principe de diffraction des rayons X.

Lorsqu'un matériau polycristallin est soumis à un rayonnement monochromatique X (figure 2-5), ce dernier est diffracté par les plans réticulaires du matériau. Chaque famille de plans donne lieu à un pic de diffraction pour un angle 2θ , entre les rayons X incidents et les rayons diffractés. La loi de Bragg (2-2) définit la relation entre la longueur d'onde du faisceau incident (λ), le paramètre réticulaire repéré par les indices de Miller (d_{hkl}) et l'angle de diffraction (θ), l'entier naturel (n) représente l'ordre de diffraction.

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin(\theta) \quad (2-2)$$

Les résultats de l'analyse par diffractométrie à rayons X sont donnés par un diffractogramme I en fonction de (2θ) , formé de pics correspondant aux réflexions (hkl) ; la position en X donne l'angle 2θ avec une grande précision; leur aire mesurée au dessus du bruit de fond est proportionnelle à l'intensité $I(hkl)$.

2.6.2. Analyse qualitative des phases.

L'identification des phases est basée sur l'étude du diffractogramme $I=f(2\theta)$. La position (2θ) de pics et l'intensité (I) sur le diffractogramme sont une signature de la phase cristalline à identifier. La position (2θ) est convertie en distance interréticulaire (d) en utilisant la relation de Bragg (2-2). L'intensité (I) en pourcent (%) étant celui du pic le plus intense.

La phase est identifiée en comparant les valeurs " d " et " I " à une base de données " fichier de diffraction de poudre " (PDF) du centre international des données de diffraction.

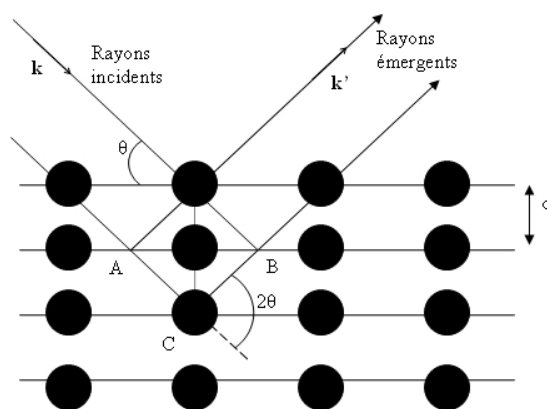


Figure 2-5: La mesure expérimentale de l'angle de diffraction θ .

CHAPITRE 3

RÉSULTATS & DISCUSSIONS

3.1. Introduction.

Ce chapitre comprend les résultats du TTC de boruration par la technique des poudres, réalisés sur deux aciers, dont l'un non allié A60 et l'autre fortement allié Z200CDV12, et une fonte à graphite sphéroïdal FGS 400-15.

La première partie de ce chapitre est basée sur l'examen de la couche borurée formée : la morphologie, la nature des phases qui la composent, l'évolution de l'épaisseur au cours du temps et enfin, le durcissement sous l'effet de la température de traitement par la mesure des profils de microdureté.

La seconde partie décrit la cinétique de croissance des couches borurées, en déterminant graphiquement le coefficient de diffusion du bore à travers la couche borurée formée ($\text{FeB} + \text{Fe}_2\text{B}$) ainsi que les énergies d'activation du bore.

3.2. Etude microstructurale et micromécanique de la couche borurée.

3.2.1 Acier A60.

3.2.1.1 Microstructure de la couche borurée.

La figure 3-1 représente la microstructure de base de l'acier A60, observée au microscope optique après une attaque chimique au nital (à 2 %). Elle est composée majoritairement de la phase ferritique (la matrice) et de la perlite.

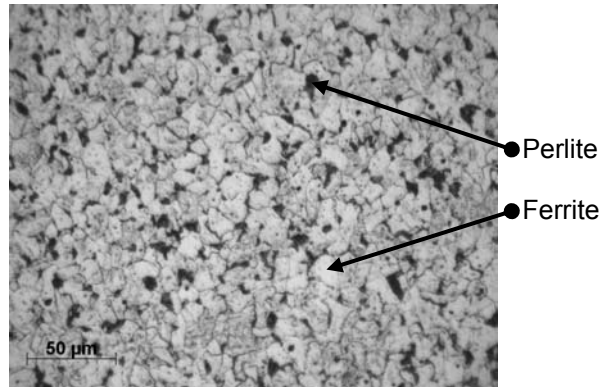


Figure 3-1: Micrographie optique de la surface d'un échantillon en acier A60, attaqué au nital à 2%

La figure 3-2 montre une micrographie optique d'une section droite de l'échantillon en acier A60 boruré à 1000°C pendant 2 h. On voit que la couche borurée formée présente une morphologie en dents de scie à l'interface avec le substrat [37], dont la direction privilégiée est orientée de la surface vers le cœur de l'échantillon.

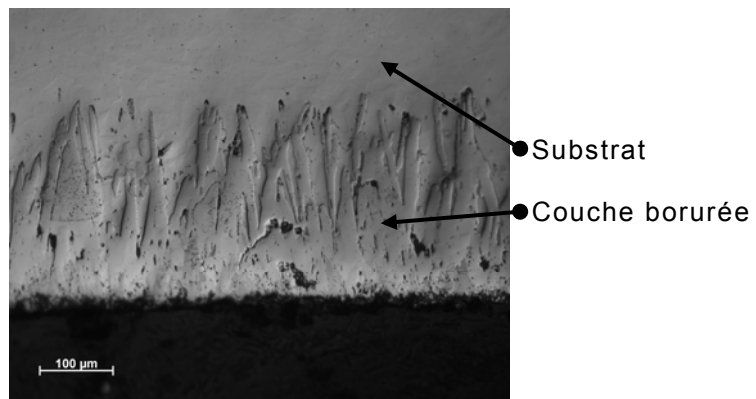


Figure 3-2: Observation au MO d'une Section droite d'un échantillon en acier A60 borurée à 1000°C pendant 6 h.

L'examen de la zone borurée au microscope électronique à balayage (Figure 3-3) a révélé l'existence de deux phases, dont la nature est identifiée par la technique de diffraction des rayons X.

- Une phase externe riche en bore (FeB) en contraste foncé.
- Une phase interne moins riche en bore (Fe_2B) en contraste claire.

On a remarqué que la phase FeB formée présente une discontinuité aux endroits où la fraction de porosité est élevée.

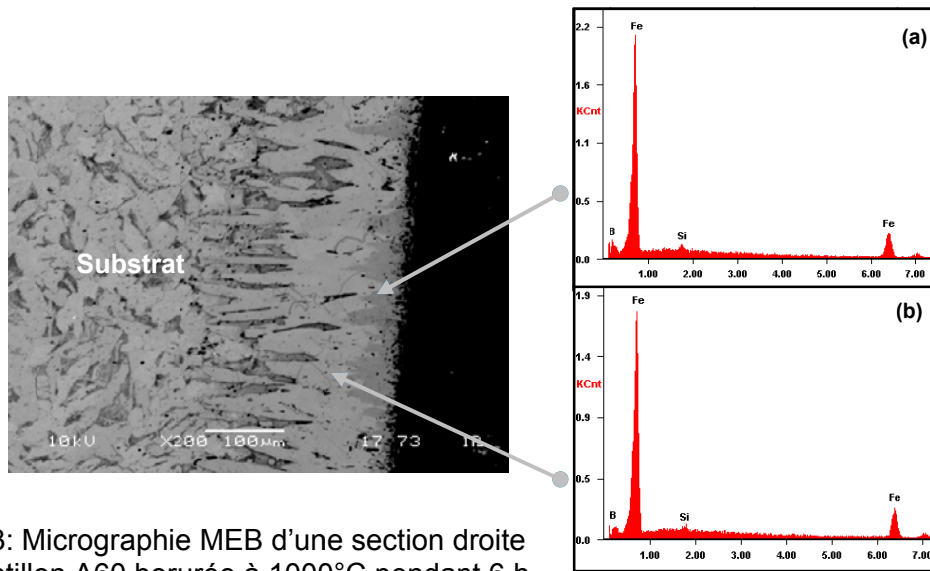


Figure 3-3: Micrographie MEB d'une section droite de l'échantillon A60 borurée à 1000°C pendant 6 h.
 (a) Analyse EDS réalisé sur le borure FeB.
 (b) Analyse EDS réalisé sur le borure Fe₂B.

3.2.1.2 Mesure de l'épaisseur de la couche borurée.

Les épaisseurs mesurées de la couche borurée, après 2, 4 et 6 h de traitements à des températures de 900, 950 et 1000°C, sont données dans le tableau 3-1.

La Figure 3-4 représente l'évolution du carré de l'épaisseur de la couche borurée de l'acier A60 en fonction du temps. On remarque que la croissance de la couche de borurée n'est pas uniquement une fonction de la température mais aussi du temps de traitement.

T (°C)	t (h)	e (µm)
900	2	54,5
	4	89,1
	6	118,0
950	2	87,6
	4	146,5
	6	177,5
1000	2	110,2
	4	182,3
	6	254,0

Tableau 3-1 : Epaisseurs de la couche borurée mesurées sur l'acier A60 au cours du temps pour 900, 950 et 1000°C.

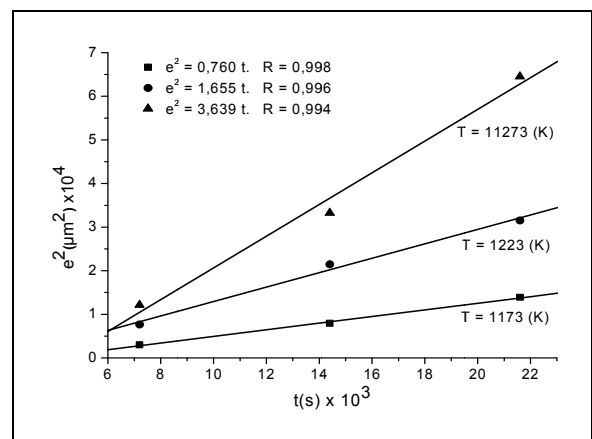


Figure 3-4: Variation de l'épaisseur de la couche borurée de l'acier A60 en fonction du temps pour les trois températures de traitements

3.2.1.3 Analyse des profils de microdureté.

L'étude micromécanique de la couche borurée est réalisée par un profil de microdureté de la surface jusqu'au cœur de l'échantillon (Figure 3-5). Elle s'est portée sur les traitements de 900°C / 2 h et 1000°C / 6 h. Ces courbes montrent que la dureté de la couche superficielle est nettement supérieure à celle de la matrice.

La dureté de la couche borurée est située entre 1500 et 1700 HV_{0,15} tandis que la dureté du substrat est de 230 HV_{0,15}. Il a été montré que la zone intermédiaire, entre la zone superficielle et la zone du cœur, possède des duretés comprises entre 1500 et 230 HV_{0,15}. Ces valeurs de dureté de la couche sont en accord avec la littérature [49].

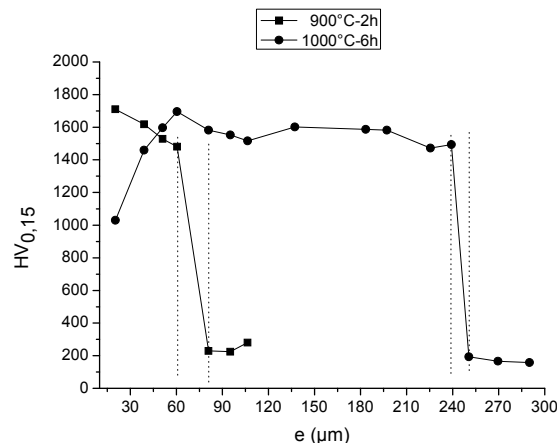


Figure 3-5: Profils de microdureté obtenus sur l'acier A60 borurée.

3.2.1.4 Analyse des phases par diffraction des rayons X

La figure 3-6 montre le spectre de diffraction des rayons X réalisé sur l'acier A60 après un TTC de boruration à 1000°C / 6 h. Elle confirme la formation des borures FeB et Fe₂B dans la couche borurée. La phase FeB est diffractée suivant les plans cristallographiques de directions (1 3 1) et (0 1 1). La phase Fe₂B est diffractée suivant les plans de directions (1 4 3) et (1 2 3).

Le diffractogramme révèle aussi la présence du fer α et de la cémentite Fe_3C , qui sont des composés du substrat. Le fer α est diffracté suivant les plans cristallographiques (1 1 0), (2 0 0) et (2 2 0). La cémentite (Fe_3C) est diffractée par les plans cristallographiques (2 2 0), (1 0 3) et (4 4 0).

Les fiches de données de diffraction des poudres (PDF) du centre internationale pour les données de diffraction (ICDD) utilisées sont :

- FeB : 76-0092
- Fe_2B : 36-1332
- Fe α : 06-0696
- Fe_3C : 65-2413

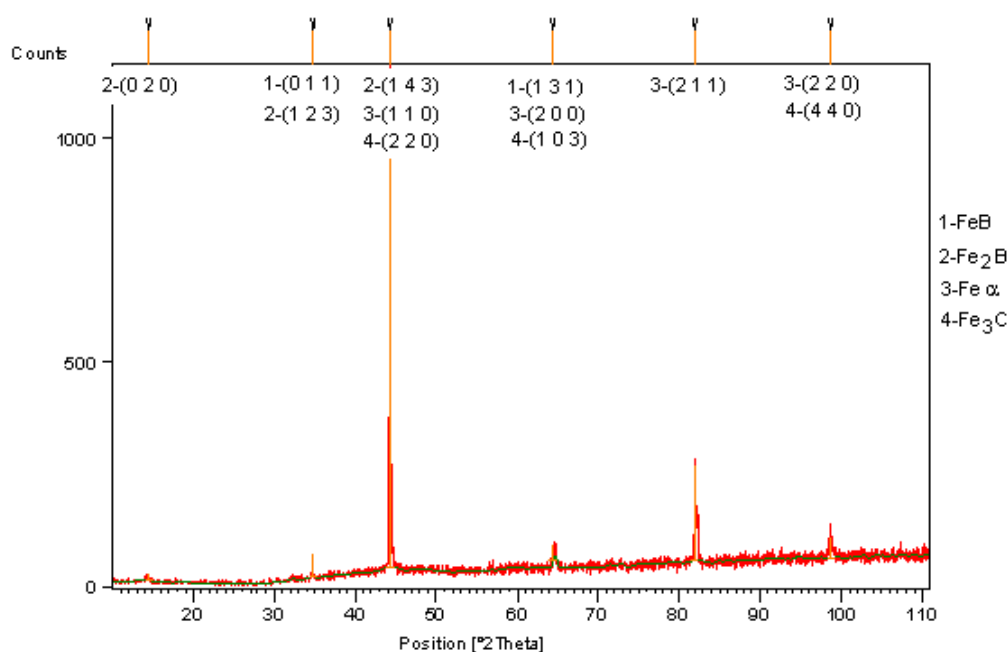


Figure 3-6 : Spectre de diffraction des rayons X d'un acier A60 boruré avec une profondeur de 254 μm

3.2.2 Acier Z200CDV12.

3.2.2.1 Microstructure de la couche borurée.

La microstructure de base de l'acier Z200CDV12, observée au MO en mode fond noir (Figure 3-7), montre l'existence des carbures répartis dans la matrice ferritique. Ces carbures, en contraste noir, présentent deux types de

morphologies, à savoir une forme allongée et une forme plus ou moins sphérique, de différentes tailles.

La figure 3-8 montre que le TTC de boruration de l'acier Z200CDV12 a modifié la microstructure de cette dernière du côté de la surface de traitement, par la formation d'une couche borurée, de morphologie plus au moins plane à l'interface avec le substrat [37].

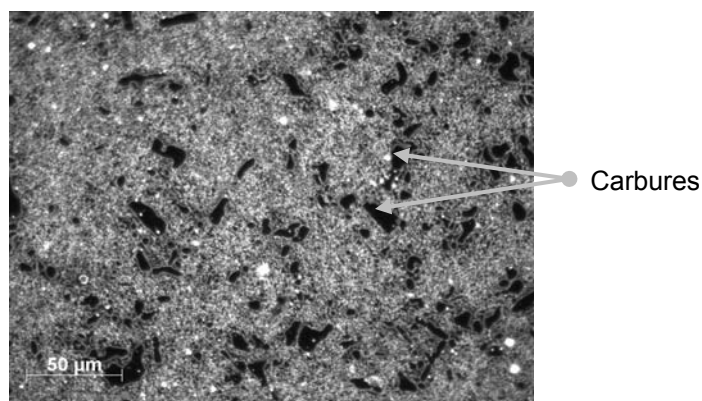


Figure 3-7 : Microstructure de base de l'acier Z200CDV12 observé au MO en fond noir.

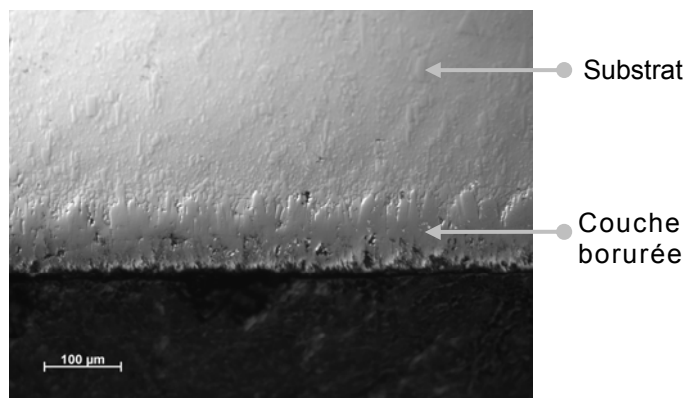


Figure 3-8: Observations en MO d'une section droite de l'acier Z200CDV12 après une boruration à 1000°C pendant 6 h.

La micrographie MEB de la Figure 3-9 a montré l'existence de deux phases dans la couche borurée. Les éléments de composition de ces phases sont identifiés qualitativement par des analyses EDS.

- La phase externe en contraste foncé à l'extérieur de la couche.
- La phase interne en contraste claire à l'intérieur de la couche.

Les analyses qualitatives EDS de ces phases indiquent la présence du chrome. Dybkov et al [50] ont identifié la phase externe par une composition comprise entre (Fe, Cr)B, (Cr, Fe)B et CrB et la phase interne par une composition comprise entre (Fe, Cr)₂B, (Cr, Fe)₂B et Cr₂B.

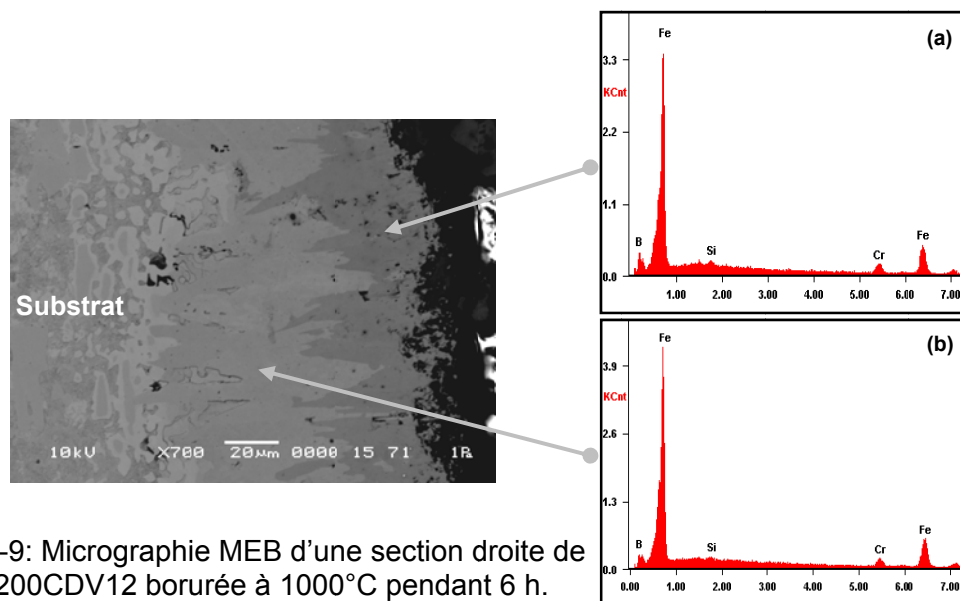


Figure 3-9: Micrographie MEB d'une section droite de l'acier Z200CDV12 borurée à 1000°C pendant 6 h.

(a) Analyse EDS de la phase externe de la couche borurée.

(b) Analyse EDS de la phase interne de la couche borurée.

3.2.2.2 Mesure de l'épaisseur de la couche borurée.

Le tableau 3-2 regroupe les résultats de mesure des épaisseurs moyennes des couches borurées formées sur l'acier Z200CDV12 après un maintien de 2, 4 et 6 h à la température de 900, 950 et 1000°C.

La figure 3-10 décrit l'évolution de l'épaisseur de la couche borurée de l'acier Z200CDV12 en fonction de la racine carrée du temps, après un traitement réalisé à 900, 950 et 1000°C pendant 2, 4 et 6 h.

T (°C)	t (h)	e (µm)
900	2	28,2
	4	32,1
	6	44,6
950	2	43,5
	4	56,8
	6	69,3
1000	2	54,2
	4	74,0
	6	99,9

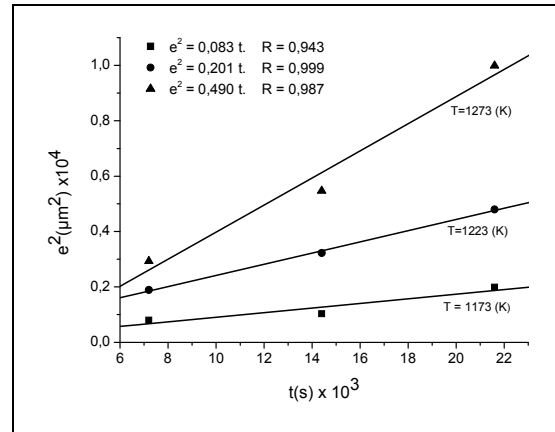


Tableau 3-2: Epaisseurs de la couche borurée mesurées sur l'acier Z200CDV12 au cours du temps à 900, 950 et 1000°C.

Figure 3-10: Evolution de l'épaisseur de la couche borurée de l'acier Z200CDV12 fonction du temps à différentes températures de traitements.

3.2.2.3 Analyse des profils de microdureté.

Les courbes de la figure 3-11 montrent l'effet des conditions du traitement de boruration sur la dureté de la couche borurée. On a atteint des duretés de 1800HV_{0,15}, avec la température de traitement de 1000°C et un temps de maintien de 6 h, et 1400 HV_{0,15} avec un traitement de 900°C pendant 2 h.

Cependant, la fluctuation de la dureté présentée par les courbes, est attribuée probablement à la présence des défauts structuraux et les différents types de borures [51]

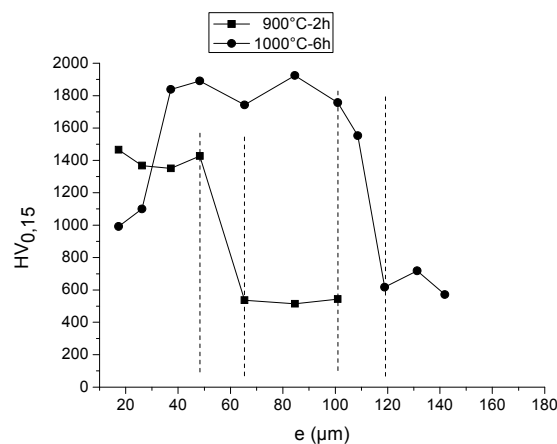


Figure 3-11: Profils de microdureté obtenus sur l'acier Z200CDV12 boruré à 900°C/2 h et 1000°C/6 h.

3.2.2.4 Analyse des phases par diffraction des rayons X

Le dépouillement du spectre de diffraction des rayons X (Figure 3-12) réalisé sur l'acier Z200CDV12 après un TTC de boruration à 1000°C / 6 h a permis d'identifier les différents types de borures formés lors du traitement de boruration et les phases qui composent le substrat.

Dans la couche borurée, on a identifié les borures Fe_2B , Cr_2B et $(\text{Fe}, \text{Cr})_2\text{B}$ de structures orthorhombiques et des borures FeB , CrB et $(\text{Fe}, \text{Cr})\text{B}$ de structures tétraogonales ; ce qui est en accord avec la littérature [50].

Dans le substrat, on a identifié le fer α , la cémentite Fe_3C , et les carbures Cr_3C_2 , Cr_7C_3 et Cr_{23}C_6 .

3.2.3 La fonte FGS 400-15.

3.2.3.1 Microstructure de la couche borurée.

La figure 3-13 montre la microstructure de coulée de la fonte FGS 400-15, destinée à subir le TTC de boruration. Elle se présente par une structure ferrito-perlitique avec présence des nodules de graphite en contraste noire et de la cémentite libre (Fe_3C) en contraste claire.

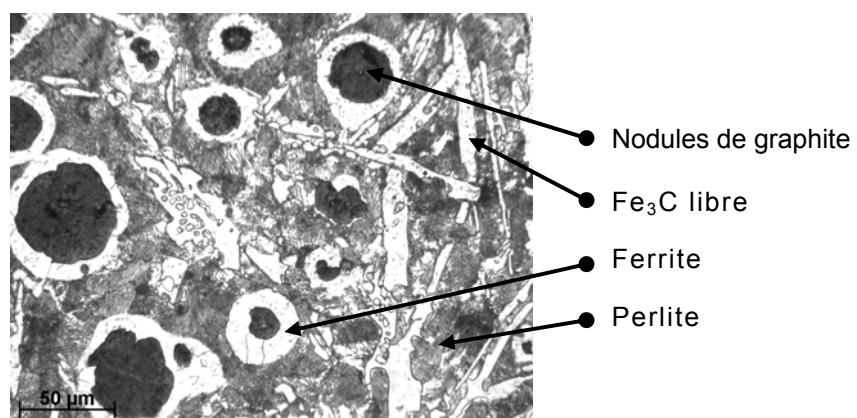


Figure 3-13: Observation au MO en mode DIC de la microstructure de base de la fonte FGS 40-15.

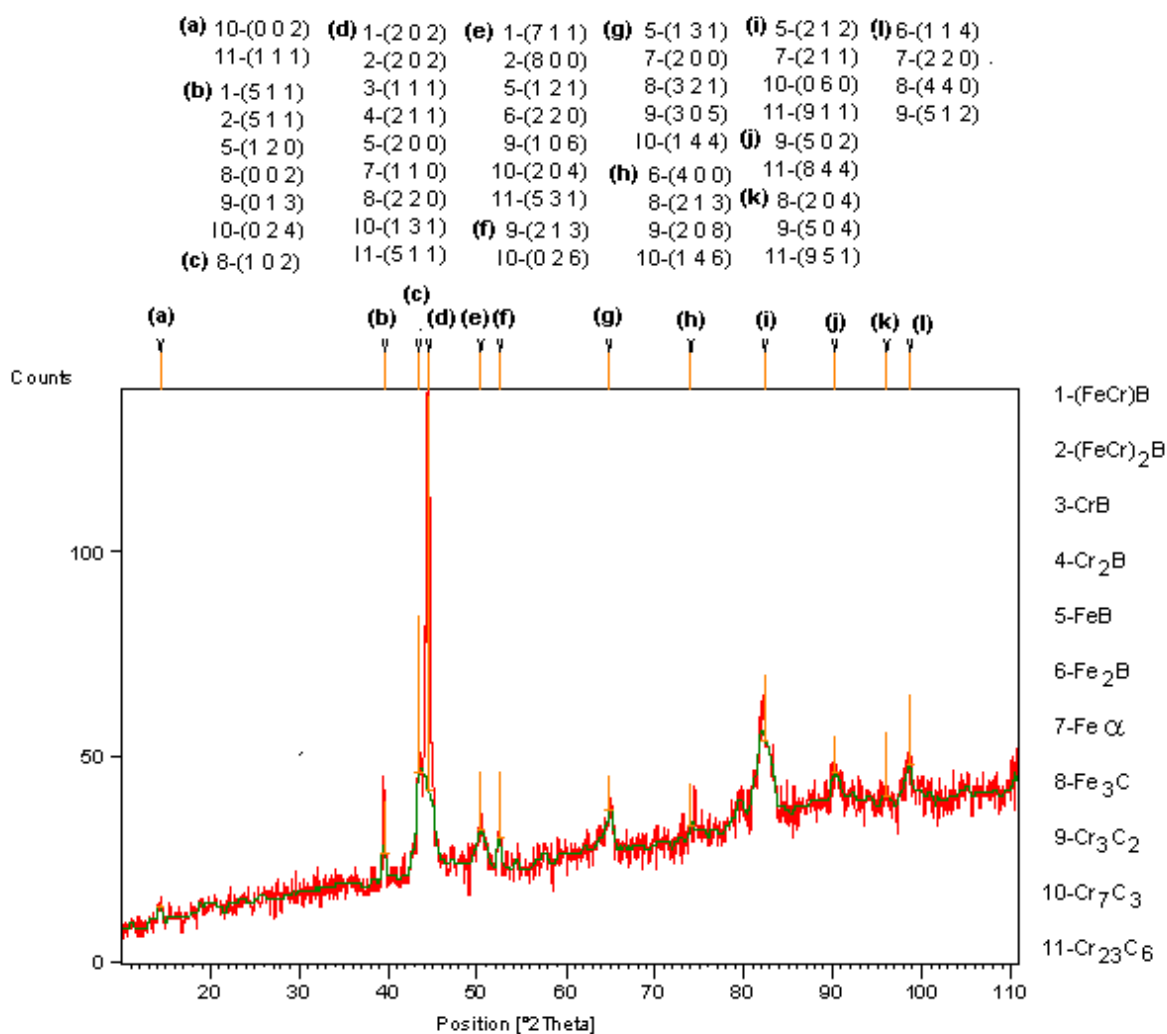


Figure 3-12 : Spectre de diffraction des rayons X d'un acier Z200CDV12 boruré avec une profondeur de 99,9 μm

Les fiches de données de diffraction des poudres (PDF) du centre internationale pour les données de diffraction (ICDD) utilisées sont :

- (FeCr)B : 72-1073
- (FeCr)₂B : 35-1180
- CrB : 89-3587
- Cr₂B : 89-4876
- FeB : 76-0092
- Fe₂B : 65-2693
- Fe α : 65-4899
- Fe₃C : 65-2413
- Cr₃C₂ : 64-2427
- Cr₇C₃ : 89-7244
- Cr₂₃C₆ : 65-3132

L'examen au MO d'un échantillon de la fonte FGS 400-15, après un TTC de boruration à 1000°C / 2 h, a révélé des borures de fer de morphologie en dent de scie à l'interface avec le substrat (figure 3-14). Ces borures sont formés sur une surface ductile en fer [52].

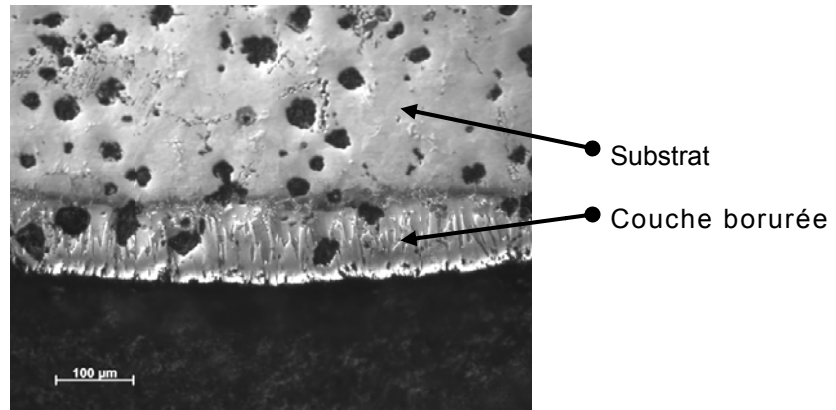


Figure 3-14: Observation au MO en mode DIC de la morphologie des borures formés sur la fonte FGS 400-15 après un traitement à 1000°C / 2 h.

3.2.3.2 Mesure de l'épaisseur de la couche borurée.

Le tableau 3-3 regroupe les résultats des mesures de l'épaisseur de la couche borurée, réalisées sur la fonte FGS 400-15 après un traitement de 2, 4 et 6 h à 900, 950 et 1000°C.

Les courbes $e^2(t)$ de la figure 3-15 montrent l'évolution de la couche borurée de la fonte FGS 400-15. Les couches borurées épaisses sont obtenues à la température de 1000°C à partir de 4 h de maintien.

3.2.3.3 Analyse des profils de microdureté.

Les profils de microdureté de la figure 3-16 sont réalisés sur des échantillons en fonte FGS 400-15 après un traitement de 2 et 6 h à la température de 900 et 1000°C, de la surface jusqu'au cœur de l'échantillon. Ces courbes montrent l'existence d'une zone superficielle durcie par les borures FeB et Fe₂B formés, d'une zone de cœur avec les duretés les plus faibles et d'une zone intermédiaire dont la dureté décroît progressivement.

T (°C)	t (h)	e (µm)
900	2	52,1
	4	67,0
	6	87,6
950	2	75,1
	4	93,5
	6	110,3
1000	2	80,4
	4	149,1
	6	186,6

Tableau 3-3: Epaisseur de la couche borurée de la fonte FGS 400-15 après un traitement de 2, 4 et 6 h à 900, 950 et 1000°C

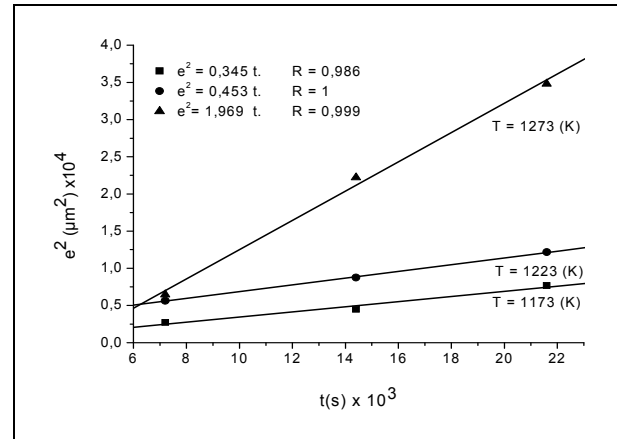


Figure 3-15: Evolution de l'épaisseur de la couche borurée de la fonte FGS 400-15 en fonction du temps à des températures de 900, 950 et 1000°C

Ces profils de microdureté montrent l'effet de la température et du temps de traitement sur la dureté de la couche borurée. Les duretés obtenues, après un maintien de 2 h à 900°C, ont pour valeurs qui varient entre 1360 et 1568 HV_{0,15}, et elles varient entre 1646 et 1857 HV_{0,15} après un traitement de 6 h à 1000°C.

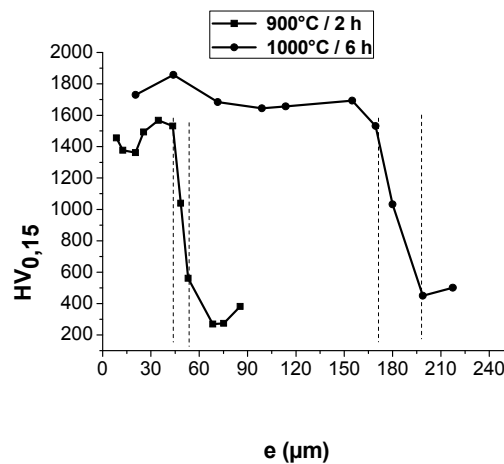


Figure 3-16: Profils de microdureté obtenus sur la fonte FGS 400-15 après 900°C/2 h et 1000°C/6 h de traitement

3.2.3.4 Analyse des phases par diffraction des rayons X

La figure 3-17 montre le spectre de diffraction des rayons X de la fonte FGS 400-15 boruré à 1000°C pendant 6 h. Le spectre présente des raies caractéristiques des phases FeB et Fe₂B en plus de celle du substrat.

La phase FeB est montrée par les plans cristallographiques de directions (2 0 0), (2 1 2), (2 2 1) et (1 2 0), et la phase Fe₂B par les plans cristallographiques de directions (1 4 3), (3 3 2) et (2 2 2).

Les phases composant le substrat sont identifiées par les raies caractéristiques du fer α et de la cémentite (Fe₃C).

Les fiches de données de diffraction des poudres (PDF) du centre internationale pour les données de diffraction (ICDD) utilisées sont :

- FeB : 76-0092
- Fe₂B : 36-1332
- Fe α : 06-0696
- Fe₃C : 89-2867

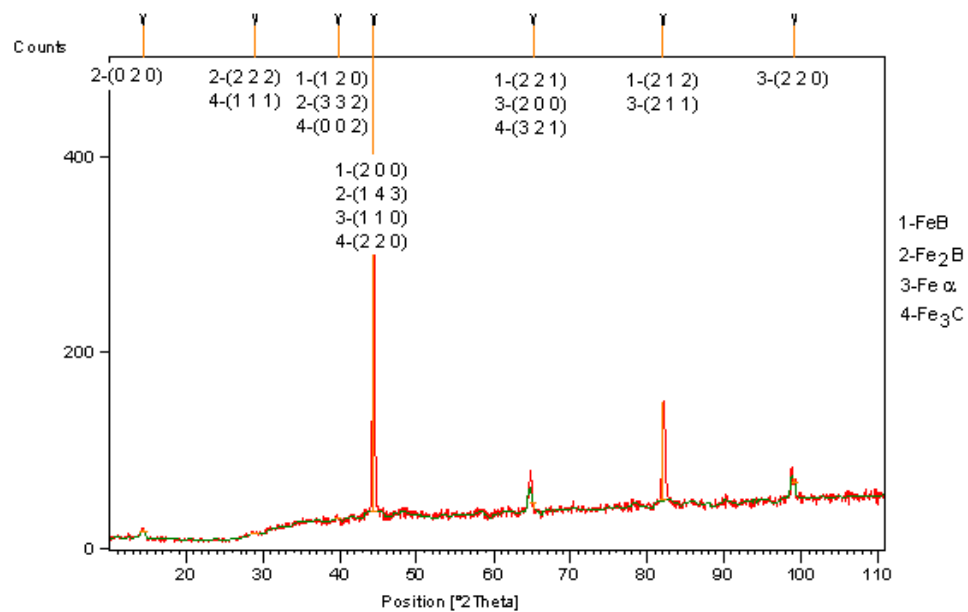


Figure 3-17 : Spectre de diffraction des rayons X de la fonte FGS 400-15 borurée avec une profondeur de 186,6 μm

3.3. Etude de la cinétique de diffusion du bore dans la couche borurée.

Le traitement thermochimique de boruration réalisé sur les aciers A60, Z200CDV12 et la fonte FGS 400-15 a donné naissance à la formation d'une couche borurée biphasée (FeB et Fe₂B).

L'épaisseur de la couche de borurée formée dépend fortement de la température et du temps de traitement. Le modèle mathématique utilisé pour la simulation de la cinétique de diffusion du bore dans ces nuances (chapitre 4) montre l'effet de chaque facteur sur la croissance de la couche. Cette cinétique de diffusion est influencée également par la composition chimique du matériau de base.

La cinétique de formation de la couche de borurée ($\text{FeB} + \text{Fe}_2\text{B}$) est déterminée par le coefficient de diffusion D , qui dépend de la température [53,54]. Cette croissance obéit à une loi du type parabolique, exprimée par la relation (1-2) (voir chapitre 1).

L'équation d'Arrhenius (1-2) établit une relation entre le coefficient de diffusion D , la température et l'énergie d'activation des atomes du bore.

Le coefficient de diffusion varie avec la température. Si l'on porte le $\ln(D)$ en fonction de T^{-1} , les valeurs expérimentales correspondantes aux différentes températures s'alignent le long d'une droite dont la pente permet de calculer l'énergie d'activation des atomes du bore.

3.3.1 Acier A60.

3.3.1.1 Estimation du coefficient de diffusion du bore.

Le coefficient de diffusion du bore dans la couche borurée de l'acier A60 est déterminé par la pente des courbes de tendances, du type $y = a x$, de la figure 3-4. Les équations empiriques de ces courbes sont données par:

- $e^2 = 0.760 t$ à 1173 K
- $e^2 = 1.655 t$ à 1223 K
- $e^2 = 3.639 t$ à 1273 K

Par conséquent, les coefficients de diffusion du bore déterminés pour les températures 1173, 1223 et 1273 K sont respectivement 0.760, 1.655 et 3.639 $\mu\text{m}^2/\text{s}$.

3.3.1.2 Estimation de l'énergie d'activation du bore.

La figure 3-18 représente le logarithme népérien du coefficient de diffusion D en fonction de l'inverse de la température dans l'acier A60, approché par une courbe de tendance de type $y = a x + b$. La pente de cette courbe a permis de calculer une énergie d'activation du bore de 194 kJ mole^{-1} .

Dans l'intervalle de températures comprises entre 900 et 1000°C , la relation d'Arrhenius pour le processus de diffusion du bore dans la couche borurée ($\text{FeB} + \text{Fe}_2\text{B}$) de l'acier A60 est exprimée par:

$$D_{(\text{FeB}+\text{Fe}_2\text{B})}^{\text{B}} = 3,37 \times 10^{-4} \exp\left(-\frac{194 \text{ kJ mole}^{-1}}{R T}\right) \text{ (m}^2\text{s}^{-1}\text{)}$$

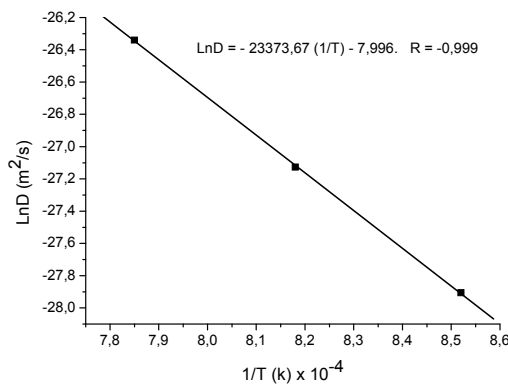


Figure 3-18: Evaluation du coefficient de diffusion du bore dans la couche borurée de l'acier A60.

3.3.2 Acier Z200CDV12

3.3.2.1 Estimation du coefficient de diffusion du bore.

Les courbes de tendance $y = a x$ de la figure 3-10 montrent une croissance de la cinétique de diffusion du bore dans la couche borurée de l'acier Z200CDV12. Les équations empiriques de ces courbes sont exprimées sous la forme :

- $e^2 = 0.083 t$ à 1173 K
- $e^2 = 0.201 t$ à 1223 K
- $e^2 = 0.490 t$ à 1273 K

A partir de ces équations, On déduit ainsi les coefficients de diffusion du bore dans la couche borurée (FeB+Fe₂B), ils sont respectivement de l'ordre de 0,083, 0,201 et 0,490 μm²/s pour les températures de traitements 1173, 1223 et 1273 K.

3.3.2.2 Estimation de l'énergie d'activation du bore.

L'énergie d'activation du bore dans la couche borurée de l'acier Z200CDV12 est estimée par la pente de la courbe de tendance de la figure 3-19, elle est de l'ordre de 220 KJ mole⁻¹.

Enfin, le coefficient de diffusion du bore dans la couche borurée (FeB+Fe₂B) est exprimé, dans le domaine des températures comprises entre 900 et 1000°C, par une équation de type Arrhenius :

$$D_{(\text{FeB}+\text{Fe}_2\text{B})}^{\text{B}} = 5,26 \times 10^{-4} \exp\left(-\frac{220 \text{ kJ mole}^{-1}}{R T}\right) \text{ (m}^2\text{s}^{-1}\text{)}$$

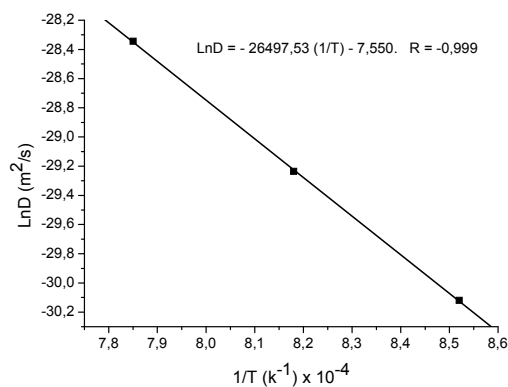


Figure 3-19: Evaluation du coefficient de diffusion du bore dans la couche borurée de l'acier Z200CDV12

3.3.3 La fonte FGS 400-15.

3.3.3.1 Estimation du coefficient de diffusion du bore.

Les courbes de tendances de la figure 3-15 montrent que la couche borurée (FeB+Fe₂B) de la fonte FGS 400-15 est obtenue avec une cinétique qui varie faiblement de 0,345 et 0,453 μm²/s dans le domaine des températures

comprises entre 900 et 950°C, et elle atteint 1,969 $\mu\text{m}^2/\text{s}$ à la température 1273 K. Ces courbes de type $y = a x$ sont exprimées par des équations empiriques de la forme :

- $e^2 = 0.345 t$ à 1173 (K)
- $e^2 = 0.453 t$ à 1223 (K)
- $e^2 = 1.969 t$ à 1273 (K)

3.3.3.2 Estimation de l'énergie d'activation du bore.

La figure 3-20 montre la variation du logarithme népérien du coefficient de diffusion D en fonction de l'inverse de la température. La courbe de tendance a permis d'estimer une énergie d'activation du bore de 215 KJ mole^{-1} .

Dans le domaine des températures comprises entre 900 et 1000°C, la température et Le coefficient de diffusion du bore, D , dans la couche borurée de la fonte FGS 400-15 sont exprimés par une loi de type Arrhenius:

$$D_{(\text{FeB}+\text{Fe}_2\text{B})}^{\text{B}} = 1,09 \times 10^{-3} \exp\left(-\frac{215 \text{ kJ mole}^{-1}}{R T}\right) (\text{m}^2\text{s}^{-1})$$

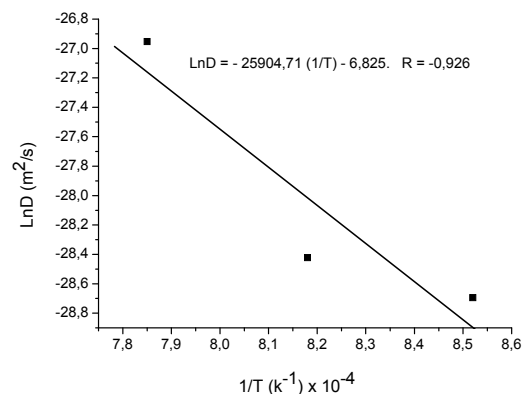


Figure 3-20: Evaluation du coefficient de diffusion du bore dans la couche borurée de la fonte FGS 400-15.

3.4. Conclusion.

Le TTC de boruration réalisé sur des substrats en aciers A60 et Z200CDV12 et en fonte FGS 400-15 a conduit à la formation d'une couche borurée, dont l'épaisseur et la morphologie à l'interface avec le substrat dépendent de la composition chimique du substrat.

La formation des couches borurées ($\text{FeB}+\text{Fe}_2\text{B}$) est expliquée par la diffusion du bore à travers les interstices du cristal (diffusion intragranulaire) et les courts-circuits de diffusion (diffusion intergranulaire).

- **Acier A60.**

La couche borurée ($\text{FeB}+\text{Fe}_2\text{B}$) est obtenue par la diffusion du bore à travers les grains de la ferrite et de la perlite (diffusion intragranulaire) et les joints de grains (diffusion intergranulaire). Dans le domaine de température comprise entre 900 et 1000°C, le coefficient de diffusion du bore dans la couche borurée varie entre 0.760 et 3.639 $\mu\text{m}^2/\text{s}$

La morphologie des borures (en dents de scie) est expliquée par une cinétique de diffusion différente entre l'extrémité du borure et sa base. La cinétique de diffusion du bore à l'extrémité du borure correspond à une diffusion intergranulaire (à travers les joints de grains) [55].

Comparativement à l'acier Z200CDV12 et la fonte FGS 400-15, le TTC de boruration de l'acier A60 nous a permis de produire des couches borurées les plus épaisses (254 μm à 1000°C \ 6 h), et avec la plus faible énergie d'activation du bore (194 KJ mole⁻¹). Cette cinétique est expliquée par l'absence d'une seconde phase sur les voies diffusionnelles (intragranulaire et intergranulaire) du bore.

- **Acier Z200CDV12.**

La couche borurée formée ($\text{FeB}+\text{Fe}_2\text{B}$) sur cette nuance est obtenue par diffusion intragranulaire et intergranulaire du bore. Dans le domaine de température compris entre 900 et 1000°C, les couches borurées sont formées avec une cinétique de diffusion du bore variable entre 0,083 et 0,490 $\mu\text{m}^2/\text{s}$

La morphologie des borures (interface plus au moins plane avec le substrat) montre que la cinétique de diffusion à l'extrémité du borure (diffusion intergranulaire) est proche de celle de sa base (diffusion intragranulaire). Cette cinétique de diffusion est due à l'effet de précipitation d'une seconde phase (carbures). Une précipitation intergranulaire du carbure Cr_{23}C_6 et intragranulaire des carbures Cr_3C_2 , Cr_7C_3 et Fe_3C (cémentite).

En comparant l'acier A60 et la fonte FGS 400-15, l'effet de la seconde phase est mise en évidence par la production des couches borurées les moins épaisses ($99,9 \mu\text{m}$ à 1000°C \ 6 h) avec une énergie d'activation du bore plus importante (220 KJ mole^{-1}).

- **Fonte FGS 400-15.**

Dans le domaine de température comprise entre 900 et 1000°C , on a formé des couches borurées ($\text{FeB} + \text{Fe}_2\text{B}$) avec une cinétique de diffusion (intragranulaire et intergranulaire) du bore variable entre $0,345$ et $1,969 \mu\text{m}^2/\text{s}$.

Comme dans le cas de l'acier A60, la cinétique de diffusion intergranulaire du bore est plus importante que la diffusion intragranulaire, ce qui a conduit à la formation des borures de morphologie en dents de scie à l'interface avec le substrat.

Un effet de précipitation d'une seconde phase de degré moindre que l'acier Z200CDV12 est observé sur cette nuance. La précipitation intragranulaire de la cémentite (Fe_3C) a conduit à des couches borurées d'épaisseur (supérieure à celle de l'acier Z200CDV12 et inférieure à celle de l'acier A60) de l'ordre de $186,6 \mu\text{m}$ avec une énergie d'activation de bore de 215 KJ mole^{-1} .

CHAPITRE 4

MODÉLISATION DU TRAITEMENT THERMOCHIMIQUE DE BORURATION PAR LA MÉTHODE DES PLANS D'EXPÉRIENCES

4.1. Introduction.

Un durcissement superficiel par un traitement thermochimique de boruration est réalisé sur deux nuances d'aciers et une fonte, c'est-à-dire, l'acier A60 parmi la catégorie des aciers non alliés, l'acier Z200CDV12 parmi la catégorie des aciers alliés et une fonte à graphite sphéroïdal FGS 400-15.

Les facteurs considérés qui agissent sur le traitement sont la température et le temps de maintien. L'épaisseur de la couche borurée est la réponse mesurée qui permet de connaître l'effet des facteurs considérés.

Pour connaître les évolutions des facteurs considérés, leurs interactions, leurs influences sur la grandeur étudiée, nous avons appliqué dans ce travail la modélisation par la méthode des plans d'expériences (PE).

La méthode des PE permet d'établir les liens existant entre les deux types de variables :

- Les facteurs : la température et le temps qui sont des grandeurs physiques modifiables par l'expérimentateur.
- La réponse : l'épaisseur de la couche borurée qui est une grandeur physique mesurée.

Pour cela, la solution de la méthode des PE consiste à établir un modèle qui exprime la réponse en fonction des facteurs. Une dépendance fondamentale existe de fait entre le PE et le modèle. Toutes les caractéristiques de ce dernier sont héritées de la définition du premier.

De plus, la méthode des PE apporte une démarche rigoureuse dans l'établissement et la conduite des essais. Cette méthode consiste à établir un plan d'expérimentation comportant le minimum d'expériences compte tenu des résultats souhaités tout en apportant le maximum de précision dans les résultats.

La méthode des plans d'expériences peut être utilisée dans deux types d'investigations :

- Les études de criblage ou screening : Cette technique permet de déterminer, parmi les facteurs considérés par l'expérimentateur, ceux qui ont une influence statistiquement non négligeable sur les variations de la réponse. On recherche pourquoi la réponse varie (en fonction de quels facteurs). Il est également possible d'identifier les interactions de facteurs qui ont une influence.
- Les études de surface de réponse (MSR): le but de cette étude est de déterminer quantitativement comment varie la réponse en fonction des facteurs considérés comme influents.

4.2. Terminologie.

Dans ce paragraphe, nous rappelons la définition des principaux termes utilisés dans la méthode des plans d'expérience, consacré particulièrement aux plans factoriels complets.

La grandeur d'intérêt, notée généralement y , est appelée la réponse du système. Les variables susceptibles de modifier la réponse du système sont appelées facteurs. Les termes facteur et réponse sont universellement employés dans le domaine des plans d'expériences.

4.2.1. Facteur.

Un facteur est une grandeur supposée influencer le système étudié. Il peut être du type :

- continu : il peut adopter toutes les valeurs numériques réelles dans un domaine bien défini.
- discret : il ne peut prendre que des valeurs particulières comprises dans un domaine défini. Ces valeurs ne sont pas forcément numériques.

Un facteur est caractérisé par un domaine de variation (figure 4-1), c'est-à-dire l'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre ce facteur. Ce domaine est délimité par une borne inférieure (notée généralement par -1) et une borne supérieure (notée généralement par +1).

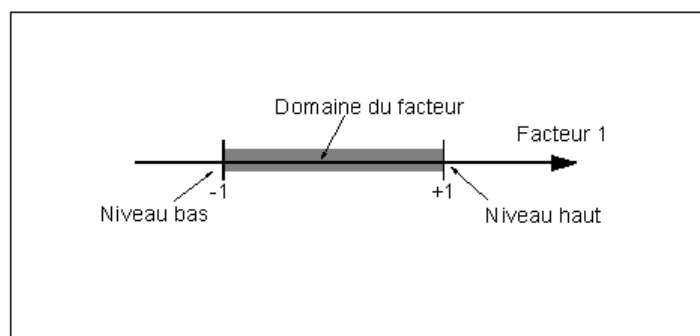


Figure 4-1: Domaine de variation du facteur

4.2.2. Réponse.

Ce sont des grandeurs de sortie qui intéressent l'expérimentateur et qui sont mesurées à chaque expérience pour connaître l'effet des facteurs sur le système. La réponse peut être du type qualitatif ou quantitatif.

4.2.3. Points expérimentaux.

Un plan d'expérience est représenté par un ensemble de points expérimentaux, eux-mêmes situés dans l'espace expérimental.

Dans le cas d'un système à deux facteurs, un point expérimental est défini par le niveau x_1 du facteur 1 et le niveau x_2 du facteur 2 (figure 4-2).

4.2.4. Domaine d'étude (DE).

Le domaine d'étude est une partie de l'espace expérimental retenue par l'expérimentateur pour réaliser ses essais (figure 4-3). Dans cet espace

dimensionnel, chaque point représente une combinaison de valeurs possibles de k facteurs.

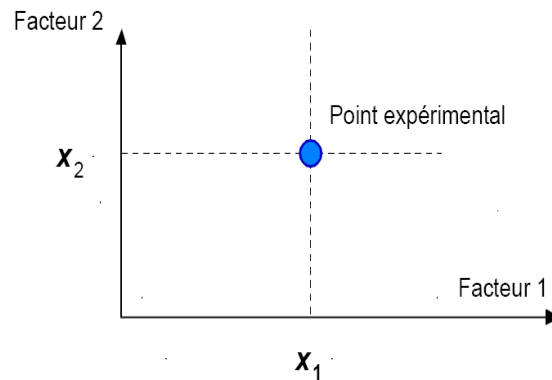


Figure 4-2: Représentation des coordonnées qui définissent un point expérimental.

Les points intérieurs à ce domaine sont des points d'expériences, car ils sont la traduction mathématique, par leurs coordonnées, des combinaisons de valeurs des grandeurs physiques leur correspondant.

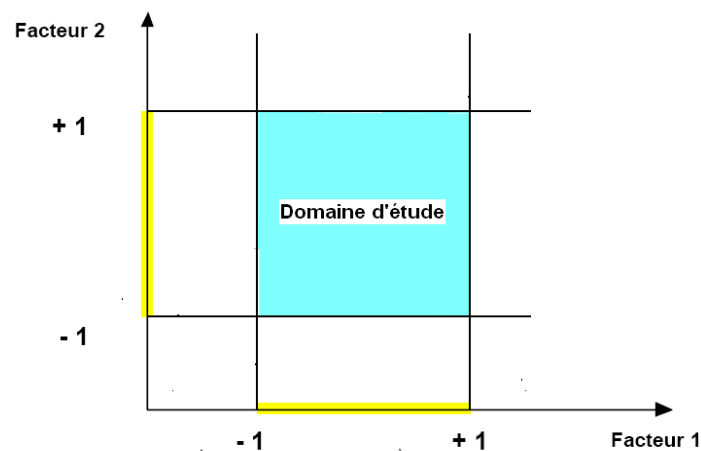


Figure 4-3: Domaine d'étude défini par l'expérimentateur.

4.2.5. Surface de réponse.

Chaque point du domaine d'étude admet une réponse qui se localise sur une surface appelée surface de réponse.

En général, comme on ne connaît que les réponses des points expérimentaux retenues par l'expérimentateur, on interpole à l'aide d'un modèle

mathématique les réponses inconnues pour obtenir la surface de réponse (figure 4-4).

4.2.6. Variables centrées réduites (VCR).

L'utilisation des variables centrées réduites présente l'intérêt de pouvoir généraliser la théorie des plans d'expériences quels que soient les facteurs ou les domaines d'études retenus.

Les variables codées résultent du rapport de deux grandeurs de même unité physique, elles sont donc sans unités. Le remplacement des variables naturelles par des variables centrées réduites va permettre d'avoir un même domaine de variation pour tous les facteurs et pouvoir ainsi faire la comparaison entre les effets des facteurs.

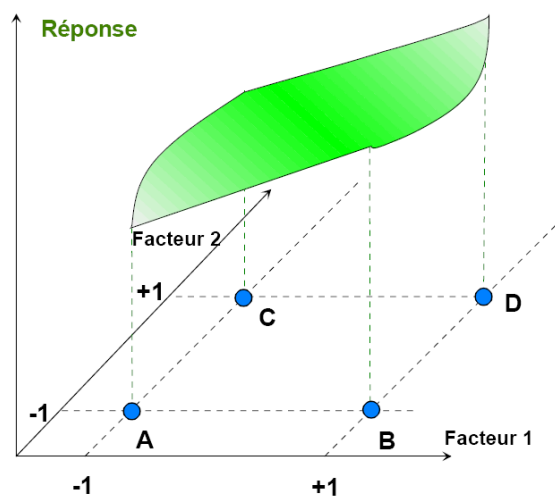


Figure 4-4: Les réponses associées aux points du domaine d'étude forment la surface de réponse.

Le passage des variables naturelles A vers les variables centrées réduites x , et inversement, est donnée par la formule suivante :

$$x = \frac{A - A_0}{\text{Pas}} \quad (4-1)$$

A_0 : est la valeur centrale en unités naturelles.

4.3. Expérimentation.

Le durcissement superficiel par un TTC de boruration, que nous avons réalisé sur les aciers A60 et Z200CDV12 et une fonte FGS 400-15, est effectué dans les mêmes conditions opératoires. Le principe consiste mesurer l'épaisseur de la couche borurée, notée y , pour des températures et des temps définis précédemment.

Nous rapportons dans le tableau 4-1 les épaisseurs de la couche borurée de l'acier A60, de Z200CDV12 et de la fonte FGS 400-15 après un traitement de 900, 950 et 1000°C pendant 2, 4 et 6 h. Ces données sont nécessaires pour l'élaboration d'un plan factoriel complet.

TTC de boruration		Epaisseur de la couche borurée (μm)		
T (°C)	t (h)	A60	Z200CDV12	FGS 400-15
900	2	$y_1=54,5$	$y_1=28,2$	$y_1=52,1$
	4	$y_2=89.1$	$y_2=32.1$	$y_2=67.0$
	6	$y_3=118,0$	$y_3=44,6$	$y_3=87,6$
950	2	$y_4=87.6$	$y_4=43.5$	$y_4=75.1$
	4	$y_5=146.5$	$y_5=56.8$	$y_5=93.5$
	6	$y_6=177.5$	$y_6=69.3$	$y_6=110.3$
1000	2	$y_7=110.2$	$y_7=54.2$	$y_7=80.4$
	4	$y_8=182.3$	$y_8=74.0$	$y_8=149.1$
	6	$y_9=254.0$	$y_9=99.9$	$y_9=186.6$

Tableau 4-1: Données expérimentales du TTC de boruration des aciers A60 et Z200CDV12 et de la fonte FGS 400-15

4.4. Mise en œuvre d'un plan factoriel complet (3^2).

Les plans factoriels complets sont des plans dits sans risque car ils permettent de déterminer tous les effets et toutes les interactions sans ambiguïtés. Le nombre d'essais nécessaire est au moins égal au nombre total de coefficients à déterminer.

Néanmoins ils présentent une limite essentielle, celui de réaliser tous les essais : le nombre d'essais augmente très rapidement avec le nombre de facteurs. On atteint 128 expériences pour 7 facteurs à 2 niveaux, ce qui devient donc très vite difficile à réaliser dans la pratique.

Étant donné un nombre de facteurs réduits, nous proposons un plan plus simple à utiliser, notamment un plan factoriel complet avec deux (02) facteurs à trois (03) niveaux [56].

4.4.1. Facteurs du système

Les facteurs qui agissent sur l'évolution de l'épaisseur de la couche borurée sont la température et le temps. Ces derniers sont définis comme les deux facteurs influents du système.

- Facteur1 : la température peut varier dans un domaine défini par une limite inférieure de 900°C et une limite supérieure de 1000°C. L'équation (4-1) permet le passage vers le système de variables centrées réduites, c'est-à-dire :

Niveau -1 = 900°C

Niveau 0 = 950°C

Niveau +1 = 1000°C

- Facteur 2 : le temps de maintien entre 2 à 6 h. Les niveaux sont représentés de la même manière, c'est-à-dire :

Niveau -1 = 2 h

Niveau 0 = 4 h

Niveau +1 = 6 h

Le nombre d'expériences nécessaires pour un plan de deux facteurs à trois niveaux est calculé par p^k , où k est le nombre de facteur et p est les niveaux du facteur, c'est-à-dire $3^2 = 3 \times 3 = 9$ expériences.

4.4.2. Domaine d'étude.

Le domaine d'étude (figure 4-5) est défini par les coordonnées des quatre points aux sommets tels que :

A (900°C, 2 h), B (1000°C, 2 h), C (900°C, 6 h), D (1000°C, 6 h)

Les points expérimentaux sont placés à des positions indiquées par la figure 4-5. Le domaine d'étude est élargie aux extrémités du domaine tout en s'assurant de :

- L'homogénéité du système,
- La linéarité dans l'évolution des réponses du système.

4.4.3. Réponse

L'épaisseur de la couche de boruration est la grandeur étudiée sous l'influence des facteurs température et temps. Elle est une mesure moyenne de la longueur des borures, en micromètre (μm).

Les réponses du système de tous les points expérimentaux sont notées par y_1 , y_2 , y_3 , y_4 , y_5 , y_6 , y_7 , y_8 et y_9 . Les points y_1 , y_7 , y_3 et y_9 sont les réponses aux limites du domaine expérimental, notés relativement par A, B, C et D (figure 4-5).

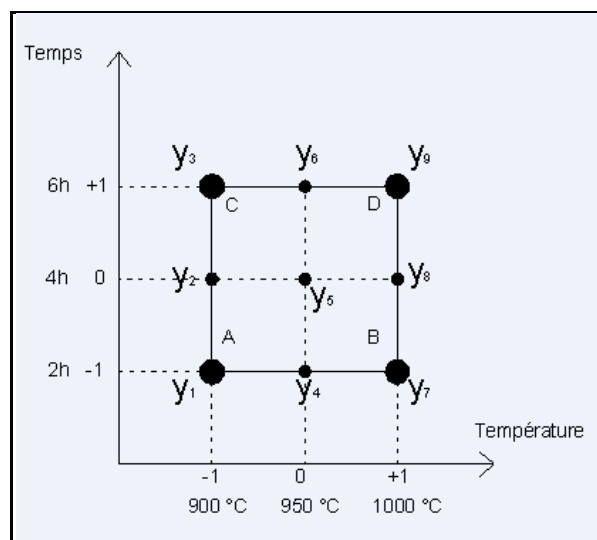


Figure 4-5: Position des points expérimentaux dans le DE

4.5. Matrice des expériences.

Les résultats des expériences réalisées sont indiquées sous forme d'une matrice d'expériences (ou matrice des essais) (tableau 4-2).

Elle comprend plusieurs colonnes; la première identifie les essais, les suivantes indiquent les états des facteurs exprimés en "unités codés", chaque colonne étant représentative d'un facteur. Les trois dernières colonnes, relatives à chaque nuance, indiquent les réponses obtenues pour chaque essai.

4.6. Modélisation mathématique des expériences.

Le modèle mathématique [57] retenu pour la mesure des épaisseurs de la couche de boruration est celui issu de la mise en œuvre d'un plan factoriel complet 3^2 d'ordre 2, c'est-à-dire de la forme :

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_{12}x_1x_2 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2$$

La signification des lettres du modèle est comme suit :

y : la réponse mesurée du système.

a_0 : coefficient constant du modèle

x_i : le niveau du facteur, x_1 : la température, et x_2 : le temps.

a_i : coefficient du facteur, a_1 : la température, et a_2 : le temps.

a_{12} : interaction entre les 2 facteurs.

4.6.1. Calcul des coefficients du modèle.

Le calcul des coefficients du modèle est simplifié par la construction d'une matrice des effets (X) issu de la matrice des expériences [58].

$$X = \begin{bmatrix} 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & -1 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 \\ 1 & 0 & -1 & 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 1 & 0 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & -1 & 1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \end{bmatrix}$$

Essai n°	x ₁	x ₂	A60	Z200CDV12	FGS 400-15
1	-1	-1	y ₁ =54,5	y ₁ =28,2	y ₁ =52,1
2	-1	0	y ₂ =89.1	y ₂ =32.1	y ₂ =67.0
3	-1	1	y ₃ =118,0	y ₃ =44,6	y ₃ =87,6
4	0	-1	y ₄ =87.6	y ₄ =43.5	y ₄ =75.1
5	0	0	y ₅ =146.5	y ₅ =56.8	y ₅ =93.5
6	0	1	y ₆ =177.5	y ₆ =69.3	y ₆ =110.3
7	1	-1	y ₇ =110.2	y ₇ =54.2	y ₇ =80.4
8	1	0	y ₈ =182.3	y ₈ =74.0	y ₈ =149.1
9	1	1	y ₉ =254.0	y ₉ =99.9	y ₉ =186.6

Tableau 4-2: Matrices des expériences du TTC de boruration des aciers A60 et Z200CDV12 et de la fonte FGS 400-15

La matrice X comporte 6 colonnes (autant que de coefficients de modèle) et 9 lignes (autant que d'expériences).

Les différents coefficients du modèle relatif à chaque nuance sont déterminés par la relation (4-2), et résumés dans le tableau 4-3.

$$\hat{a} = (X^t \cdot X)^{-1} \cdot X^t \cdot \hat{y} \quad (4-2)$$

	A60	Z200CDV12	FGS 400-15
a₀	140.977778	54.988889	95.977778
a₁	47.483333	20.533333	34.900000
a₂	49.533333	14.650000	29.483333
a₁₁	-2.516667	-1.033333	10.833333
a₂₂	-5.666667	2.316667	-4.516667
a₁₂	20.075000	7.32500	17.675000

Tableau 4-3: Coefficients du modèle relatifs aux trois nuances.

4.7. Analyse statistique du modèle.

La mise en œuvre de tests statistiques nous permettra de porter un jugement sur les résultats obtenus, à savoir la qualité du modèle décrivant la variation de la réponse dans le domaine expérimental et la signification des coefficients [59].

Cette étape de l'analyse statistique aboutit à la construction du tableau d'analyse de régression et à la détermination de la qualité descriptive du modèle.

L'analyse de régression consiste à expliquer la variation totale de la réponse définie à partir de la somme des carrés des écarts entre les résultats d'essais et leur moyenne :

- La quantité SCT (somme des carrés total), indépendante du modèle postulé, est composée deux termes :

$$SCT = SCM + SCE = \sum_{i=1}^9 (y_i - \bar{y})^2$$

y_i : Les réponses mesurées.

\bar{y} : La moyenne arithmétique des réponses mesurées.

Le terme SCM (somme des carrés associés au modèle), traduit la variation des réponses calculées autour de leur moyenne :

$$SCM = \sum_{i=1}^9 (\hat{y}_i - \bar{y})^2$$

\hat{y}_i : Les réponses calculées par le modèle.

Le terme SCE (somme des écarts associés aux résidus)

$$SCE = \sum_{i=1}^9 (y_i - \hat{y}_i)^2$$

- Calcul de la statistique F_1 ,

F_1 est une variable aléatoire dont les valeurs suivent une fonction de répartition théorique, appelée loi de F ou loi de Snedecor.

$$F_1 = \frac{SCM / \text{ddl}_M}{SCE / \text{ddl}_E} = \frac{SCM / (P - 1)}{SCE / (N - P)}$$

$p-1$: degrés de liberté affectée à SCM.

p : nombre de facteur du modèle.

$N-p$: degrés de liberté affectée à SCE.

N : nombre d'expériences réalisées.

Le test de Fisher-Snedecor F_1 permettra de se prononcer sur le modèle postulé, c'est-à-dire si l'équation établit bien une relation entre la variation des facteurs et la réponse.

L'analyse statistique du modèle est basée sur un test statistique, visant à affecter une probabilité à l'hypothèse nulle (H_0) qui dit que le modèle ne permet pas de décrire la variation des résultats d'essais.

On utilise cette loi pour savoir à partir de quelle valeur particulière, appelée valeur critique, le numérateur de la quantité F_1 est significativement supérieure au dénominateur. En d'autre terme, F_1 nous renseigne sur la probabilité $\text{Prob } F_1$ de rejeter l'hypothèse nulle. Donc dans ce cas, nous voulons obtenir la plus petite valeur de cette probabilité. On dira qu'au dessous de 5%, nous n'avons pas raison de rejeter le modèle.

Les différents calculs de la régression permettant d'aboutir au calcul de cette probabilité sont reportés dans un tableau 4-4, de la forme suivante :

Source	Somme des carrés	ddl		Test F	Probabilité
Modèle	SCM	p-1	SCM / (p-1)	P ($F \geq F_1$)	P < α
Ecart	SCE	N-p	SCE / (N-p)		
Total	SCT	N-1			

Tableau 4-4: Analyse de la régression linéaire

La détermination de la valeur du coefficient de corrélation linéaire multiple R^2 est une analyse complémentaire qui permet de rendre compte de la qualité d'ajustement du modèle. Ce coefficient est défini comme étant la fraction des variations de la réponse expliquée par le modèle seul.

$$R^2 = \frac{\text{SCM}}{\text{SCT}}$$

4.7.1. Le modèle de l'acier A60.

Les résultats de l'analyse de la régression linéaire (tableau 4-5) aboutissent à la validation du modèle. La valeur de la qualité d'ajustement du modèle ($R^2 = 0,97814$) montre que 99.50% des variations des réponses sont expliqués par le modèle dans le domaine expérimental choisi.

Source	Somme des carrés	ddl*		Test F	Probabilité
Modèle	29938,21994	5	5987,64399	134,06719	0,00101
Ecart	133,98455	3	44,66152		
Total	30086,52685	8			

Tableau 4-5: Analyse de la régression linéaire de l'acier A60

4.7.2. Le modèle de l'acier Z200CDV12.

Le calcul statistique (tableau 4-6) donne une faible probabilité (0.00095) de ne pas accepter le modèle au seuil de $\alpha=0.05$. La valeur de R^2 0,99478 ajusté traduit la bonne qualité descriptive du modèle.

Source	Somme des carrés	ddl		Test F	Probabilité
Modèle	4044,93439	5	808,98688	139,14859	0,00095
Ecart	17,44150	3	5,81383		
Total	4066,14336	8			

Tableau 4-6: Analyse de la régression linéaire l'acier Z200CDV12

4.7.3. Le modèle de la Fonte FGS 400-15.

Le modèle choisi est validé, au seuil de $\alpha=0.05$, avec une probabilité statistique de 0.02412 (tableau 4-7). Cette validation est confirmée par le coefficient R^2 (96,22 %).

Source	Somme des carrés	ddl		Test F	Probabilité
Modèle	14048,80720	5	2809,76144	15,26752	0,02412
Ecart	552,10582	3	184,03527		
Total	14600,17664	8			

Tableau 4-7: Analyse de la régression linéaire de la fonte FGS 400-15

4.8. Analyse statistique des coefficients du modèle.

L'analyse statistique des coefficients du modèle est basée sur l'hypothèse nulle (H_0) qui affirme que le coefficient a_i associé à l'élément X_i du modèle est nul. La probabilité associée à cette hypothèse est obtenue à partir du test statistique de comparaison à la valeur 0 [60].

Pour cela, on établit pour chaque coefficient la statistique, notée t_{obs} , à partir de la relation :

$$t_{obs} = \frac{|a_i|}{s(a_i)}$$

a_i : la valeur de l'estimateur du modèle postulé.

$S(a_i)$: l'écart-type de l'estimateur.

L'erreur-type est définie à partir de la relation suivante:

$$s(a_i) = \sqrt{Var(a_i)} = \sqrt{c_{ii} \sigma_r^2}$$

Le coefficient de variance c_{ii} correspond au terme diagonal de rang i de la matrice de dispersion notée $(X^t X)^{-1}$ dans la méthode des moindres carrés. La variance résiduelle σ_r est définie à partir de la relation générale :

$$\sigma_r^2 = \frac{SCE}{V_E} = \frac{\sum_{i=1}^9 (y_i - \hat{y}_i)^2}{N - p}$$

Le tableau d'analyse de régression permet d'effectuer rapidement une estimation de l'écart-type résiduel, qui s'écrit :

$$s_r = \sqrt{\sigma_r^2}$$

La statistique t_{obs} est alors écrite sous la forme suivante :

$$t_{obs} = \frac{|a_i|}{s_r \sqrt{c_{ii}}}$$

Cette statistique est une variable aléatoire dont les valeurs suivent une fonction de répartition théorique, appelée loi de t ou encore loi de Student. On utilise cette fonction de répartition pour savoir à partir de quelle valeur particulière,

appelée valeur critique, le numérateur de la quantité t_{obs} est significativement différent de 0 pour une probabilité α

Les résultats de l'analyse statistique des coefficients sont donnés sous la forme du tableau 4-8 suivant.

Facteur	Coefficients	Erreur-type	t_{obs}	Probabilité
x_i	a_i	S (a_i)	$t_{obs} = \frac{ a_i }{s_r \sqrt{c_{ii}}}$	p

Tableau 4-8: Analyse statistique du modèle.

4.8.1. Coefficients du modèle de l'acier A60.

Le test statistique (tableau 4-9) effectué sur les coefficients du modèle prédictif montre bien que les coefficients du second ordre a_{11} et a_{22} présente une forte probabilité, au risque $\alpha=0.05$, d'être égale à 0. Ils ne sont donc pas significatifs, et par conséquent ils sont éliminés du modèle final, qui s'écrit alors :

$$y = 140,97778 + 47,48333 x_1 + 49,53333 x_2 + 20,07500 x_1 x_2$$

La transposition du modèle dans le système légal s'écrit :

$$y(T, t) = - 97.42 + 0.15 T - 165.95 t + 0.20 T x t$$

On vérifie que ce modèle présente une amélioration dans la qualité de l'ajustement, R^2 (98.45%).

Facteur	Coefficient	Erreur-type	t_{obs}	Probabilité
a_0	140,97778	3,52235	40,02375	0,00003
a_1	47,48333	1,92939	24,61057	0,00015
a_2	49,53333	1,92939	25,67308	0,00013
a_{11}	-2,51667	3,34146	0,75316	0,50607
a_{22}	-5,66667	3,34146	1,69586	0,18848
a_{12}	20,07500	2,36277	8,49638	0,00342

Tableau 4-9: Analyse statistique du modèle de l'acier A60

4.8.2. Coefficients du modèle de l'acier Z200CDV12.

Les résultats d'analyse (tableau 4-10) permet d'identifier les facteurs et interactions ayant une influence statistiquement significative sur l'épaisseur de la couche de boruration. Les coefficients de second ordre a_{11} et a_{22} sont éliminés du modèle. Le modèle prédictif retenu s'écrit alors:

$$y = 54,98889 + 20,53333 x_1 + 14,65000 x_2 + 7,32500 x_1 x_2$$

Et dans le domaine légal :

$$y (T, t) = - 86.09 + 0.12 T - 62.26 t + 0.07 T x t$$

La valeur recalculée du coefficient d'ajustement R^2 (99.32 %) après suppression des coefficients a_{11} et a_{22} confirme bien la qualité du modèle retenu.

Facteur	Coefficient	Erreur-type	t_{obs}	Probabilité
a_0	54,98889	1,27086	43,26906	0,00003
a_1	20,53333	0,69612	29,49683	0,00009
a_2	14,65000	0,69612	21,04522	0,00023
a_{11}	-1,03333	1,20559	0,85711	0,45439
a_{22}	2,31667	1,20559	1,92160	0,15040
a_{12}	7,32500	0,85248	8,59253	0,00331

Tableau 4-10: Analyse statistique du modèle de l'acier Z200CDV12

4.8.3. Coefficients du modèle de la fonte FGS.400-15

L'analyse statistique des coefficients du modèle permet de retenir pour le TTC de boruration de la fonte un modèle polynomial de premier degré, dont les coefficients sont donnés dans le tableau 4-11. Après élimination des coefficients a_{11} et a_{22} , Le modèle prédictif retenu est :

$$y = 95,97778 + 34,90000 x_1 + 29,48333 x_2 + 17,67500 x_1 x_2$$

Sa transposition dans le domaine légal est :

$$y (T, t) = 45.56 - 0.01 T - 153.17 t + 0.18 T x t$$

Facteur	Coefficient	Erreur-type	t _{obs}	Probabilité
a₀	95,97778	7,15017	13,42314	0,00089
a₁	34,90000	3,91655	8,91091	0,00298
a₂	29,48333	3,91655	7,52789	0,00486
a₁₁	10,83333	6,78298	1,59713	0,20852
a₂₂	-4,51667	6,78298	0,66588	0,55311
a₁₂	17,67500	4,79629	3,68514	0,03463

Tableau 4-11: Analyse statistique du modèle de la fonte FGS 400-15

Le coefficient d'ajustement R^2 (95.43 %) du modèle, recalculé après suppression des coefficients du second ordre, est dans la limite acceptable.

4.9. Comparaison entre les résultats du modèle et l'expérience.

La figure 4-12 montre une comparaison entre les épaisseurs de la couche borurée (FeB+Fe₂B) mesurées expérimentalement et celles prédites par le modèle.

L'écart entre les mesures expérimentales et celles du modèle est déterminée le calcul du résidu (r) (4-3) :

$$r = y_m - y_p \quad (4-3)$$

y_m : épaisseur de la couche borurée mesurée expérimentalement.

y_p : épaisseur de la couche borurée prédite par le modèle.

Les résidus (r) de l'acier Z200CDV12, inférieures à 3 μm , montrent que les épaisseurs de la couche borurée prédites par le modèle sont très proches des valeurs expérimentales.

Les nuances A60 et la FGS 400-15 présentent des résidus qui atteignent 15 μm , cet écart peut s'expliquer par la morphologie des borures à l'interface avec le substrat qui est en dents de scie.

4.10. Etude des effets des facteurs sur la cinétique de la couche borurée.

4.10.1. Acier A60.

La construction du tracé des effets moyens utilise les valeurs des coefficients du modèle prédictif, présentée sous de « diagramme en bâtons » ; la longueur de chaque bâton est proportionnelle à la valeur de l'effet de ce facteur sur l'évolution de l'épaisseur de la couche borurée.

La figure 4-6 montre les facteurs influents sur l'évolution de la couche borurée. Le temps de traitement est donné légèrement plus important que la température, suivi de l'interaction des deux facteurs.

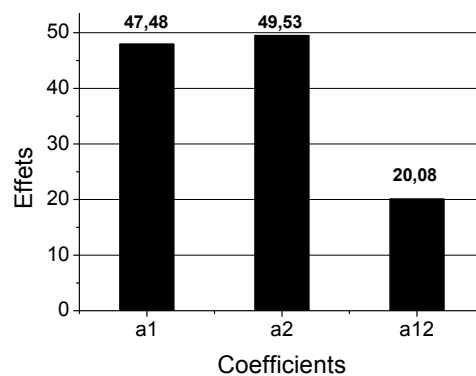


Figure 4-6 : Effets des facteurs sur le TTC de boruration de l'acier A60.

4.10.2. Acier Z200CDV12.

La figure 4-7 montre la contribution des différents facteurs dans l'ordre décroissant des effets, la température, le temps et l'interaction entre les deux facteurs. La température et le temps apparaissent comme étant les facteurs importants à contrôler pour augmenter l'épaisseur de la couche borurée.

	Essai n°	Épaisseur mesurée	Épaisseur prédite	Résidus
Acier A60	1	54,5	64,0	-9,5
	2	89,1	93,5	-4,4
	3	118,0	123,0	-4,9
	4	87,6	91,4	-3,9
	5	146,5	141,0	5,5
	6	177,5	190,5	-13,0
	7	110,2	118,9	-8,7
	8	182,3	188,5	-6,1
	9	254,0	258,1	-4,0
Acier Z200CDV12	1	28,2	27,1	1,1
	2	32,1	34,5	-2,4
	3	44,6	41,8	2,8
	4	43,5	40,3	3,2
	5	56,8	55,0	1,8
	6	69,3	69,6	-0,4
	7	54,2	53,5	0,6
	8	74,0	75,5	-1,6
	9	99,9	97,5	2,5
Fonte FGS 400-15	1	52,1	49,3	2,8
	2	67,0	61,1	5,9
	3	87,6	72,9	14,8
	4	75,1	66,5	8,6
	5	93,5	96,0	-2,4
	6	110,3	125,5	-15,1
	7	80,4	83,7	-3,3
	8	149,1	130,9	18,2
	9	186,6	178,0	8,6

Tableau 4-12: Comparaison entre les épaisseurs de la couche borurée ($\text{FeB}+\text{Fe}_2\text{B}$) expérimentales et celles prédites par les modèles.

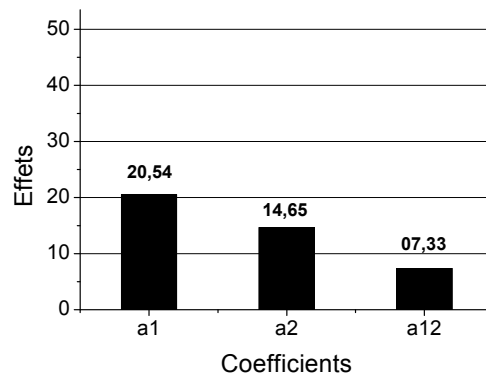


Figure 4-7 : Effets des facteurs sur le TTC de boruration de l'acier Z200CDV12.

4.10.3. Fonte FGS 400-15

Le tracé des effets de la figure 4-8 fait ressortir l'importance des facteurs par ordre décroissant des effets sur l'évolution de la couche borurée. La température est donnée comme le facteur le plus important suivi du facteur temps, on note aussi l'effet très significatif de l'interaction des deux facteurs.

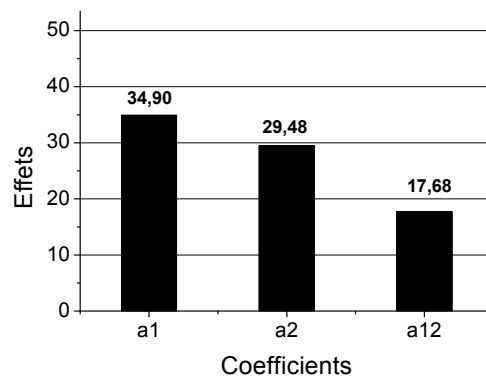


Figure 4-8: Effets des facteurs sur le TTC de boruration de la fonte FGS 400-15.

4.11. Analyse graphique des résultats

L'analyse graphique des modèles, prédits pour le TTC de boruration, consiste à rendre les équations des modèles sous la forme des courbes isoréponses.

Ces courbes isoréponses sont une projection de la surface de réponse dans le plan horizontal d'axes x_1 et x_2 , qui représentent respectivement les deux facteurs influents du système, c'est-à-dire la température et le temps.

Le tracé de ces courbes a aussi pour but une optimisation des facteurs température et temps pour la réalisation des TTC de boruration des nuances A60, Z200CDV12 et la fonte FGS 400-15 dans un domaine de température compris entre 900 et 1000°C.

Les courbes isoréponses des aciers A60, Z200CDV12 et de la fonte FGS 400-15 sont tracées avec Matlab, dont les programmes respectifs sont en annexes 1, 2 et 3.

Les courbes isoréponses de la figure 4-9 montrent la contribution de la température et du temps de traitement sur l'évolution de la couche borurée formée sur les aciers: A60 et Z200CDV12 et la fonte FGS 400-15.

4.12. Conclusion.

La mise en œuvre d'un plan d'expérience pour l'étude du TTC de boruration nous a permis d'établir, sur un domaine de température compris entre 900 et 1000°C et avec 09 essais, des modèles polynomiaux fiables représentant l'évolution de l'épaisseur de la couche borurée ($FeB+Fe_2B$) en fonction de la température et du temps de traitement.

L'importance de ces deux facteurs est mise en évidence par l'analyse statistique des coefficients du modèle prédictif du TTC de boruration des aciers A60, Z200CDV12 et la fonte FGS 400-15.

□ **Acier A60.**

- Dans le cas de l'acier A60, les effets de la température et du temps sur l'évolution de la couche borurée sont respectivement 48 et 50. L'effet combiné de ces deux facteurs est de l'ordre de 20.
- Les écarts entre les valeurs expérimentales de l'épaisseur de la couche borurée et celles du modèle ne dépassent pas 13 μm .

□ **Acier Z200CDV12.**

- Les effets de la température et du temps sur l'évolution de la couche borurée sont respectivement d'ordres 21 et 15. Par contre l'effet combiné des deux facteurs reste faible 07.

- Les épaisseurs de la couche borurée prédite par le modèle sont pratiquement identiques à celles des valeurs expérimentales ($r < 3\mu\text{m}$).
- **La fonte FGS 400-15.**
- La température est le facteur qui présente l'effet le plus important avec 35, suivi du facteur temps avec 30 et de l'effet combiné des facteurs avec 18.
 - Les écarts entre les valeurs expérimentales de l'épaisseur de la couche borurée et celles du modèle sont dans un intervalle compris entre 3 et 18 μm .

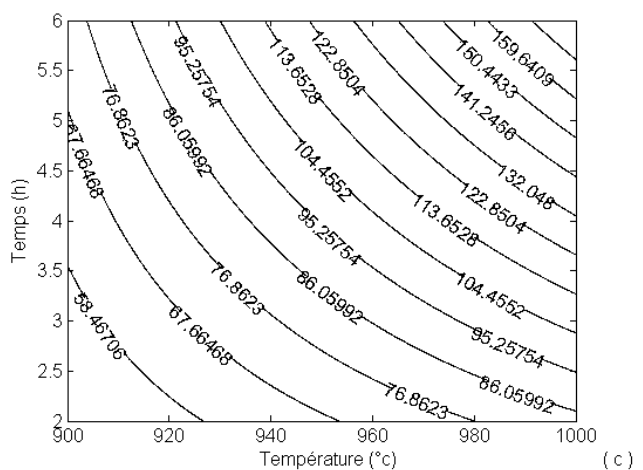
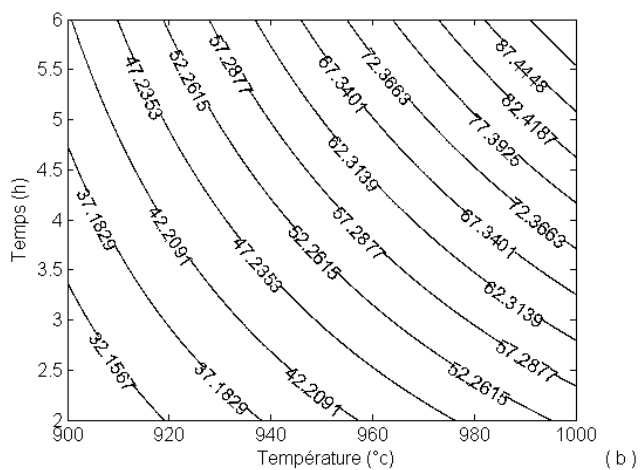
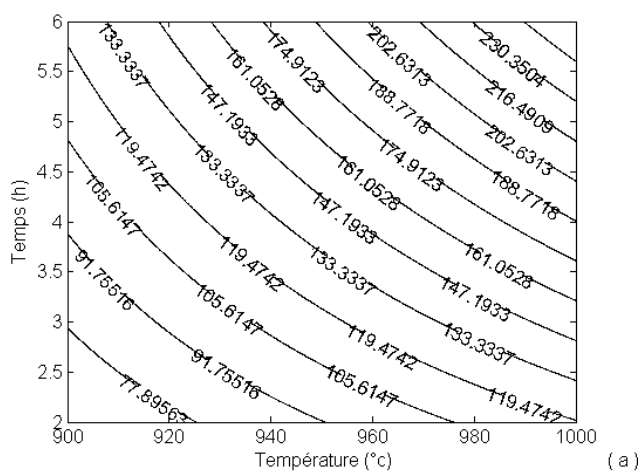


Figure 4-9: Courbes isoréponses du TTC de boruration : (a) A60 (b) Z200CDV12 et (c) Fonte FGS 400-15

CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans ce travail, on a réalisé la boruration de deux aciers A60 et Z200CDV12 et une fonte FGS 400-15 par la technique des poudres. Le traitement, réalisé dans le domaine de températures compris entre 900 et 1000°C, nous a permis d'obtenir :

□ **Acier A60.**

- La boruration a donné lieu à la formation d'une couche borurée composée des borures FeB et Fe₂B.
- L'épaisseur de la couche borurée augmente en fonction de la température et du temps du traitement. Elle atteint 254 μm après une boruration à 1000°C avec un maintien de 6 h.
- Les borures obtenus présentent une morphologie en dents de scie orientées de la surface vers le cœur.
- La dureté de la couche borurée atteint des valeurs comprises entre 1500 et 1700 HV_{0,15} dans des conditions de traitement 1000°C / 6 h.
- Une croissance de la cinétique de formation de la couche borurée avec l'augmentation de la température. Les coefficients de diffusion du bore dans la couche borurée (FeB+Fe₂B) obtenus sont respectivement: 0.760, 1.655 et 3.639 (μm²s⁻¹) à 900, 950 et 1000°C.
- L'énergie d'activation du bore dans la couche borurée de l'acier A60 est estimée à 196 KJ mole⁻¹.

□ **Acier Z200CDV12.**

- La couche borurée formée est composée d'une phase externe en contraste foncé de formule chimique varie entre (Fe, Cr) B, (Cr, Fe) B et CrB et d'une phase interne en contraste claire de formule chimique varie entre (Fe, Cr)₂ B, (Cr, Fe)₂ B et Cr₂ B [50].
- L'épaisseur de la couche borurée augmente en fonction de la température et du temps, et atteint 99.9 μm à 1000°C pour 6 h.
- Les borures, obtenus sur cette nuance, présentent une morphologie plus au moins plane à l'interface avec le substrat.
- Une dureté moyenne de 1800 HV_{0,15} est obtenue sur la couche borurée à la température de 1000°C pendant 6 h.

- Les coefficients de diffusion du bore dans la couche borurée ($\text{FeB}+\text{Fe}_2\text{B}$) sont respectivement de l'ordre de 0.083, 0.201 et $0.490 \mu\text{m}^2\text{s}^{-1}$ à 900, 950 et 1000°C .
 - L'énergie d'activation du bore dans la couche borurée de l'acier Z200CDV12 est estimée à 220 KJ mole^{-1} .
- **Fonte FGS 400-15.**
- Une couche borurée s'est formée en surface du substrat sous l'effet du traitement thermochimique de boruration.
 - La morphologie des borures obtenus se présentent en forme de dents de scie.
 - L'épaisseur de la couche borurée augmente avec la température et le temps de traitement.
 - Les duretés de la couche borurée, supérieures à $1800 \text{ HV}_{0.15}$, sont obtenues avec des températures de traitement de 950 et 1000°C .
 - Dans le domaine de températures compris entre 900 et 950°C , la couche borurée s'est formée avec pratiquement une même cinétique, et augmente d'une manière remarquable à la température de 1000°C . Les coefficients de diffusion du bore dans la couche borurée obtenus sont respectivement 0.345, 0.453 et $1.96 \mu\text{m}^2\text{s}^{-1}$ pour les températures 900, 950 et 1000°C .
 - L'énergie d'activation du bore dans la couche borurée de la fonte est estimée à 215 KJ mole^{-1} .

La modélisation de ce traitement nous a servi pour étudier l'évolution de l'épaisseur de la couche borurée en fonction des facteurs (température et temps de traitement). L'effet de ces facteurs sur le traitement est mis en évidence directement par les coefficients du modèle a_1 et a_2 .

□ **Acier A60.**

- Les effets de la température et du temps sur l'évolution de la couche borurée sont estimés respectivement par des coefficients 48 et 50. L'effet combiné de ces deux facteurs est estimé par un coefficient de 20.
- Vu la morphologie des borures, le modèle prédit pour la boruration de l'acier A60 est ajusté avec une erreur acceptable ($r = 13 \mu\text{m}$).

□ **Acier Z200CDV12.**

- Les effets de la température et du temps sur l'évolution de la couche borurée sont estimés respectivement par des coefficients 21 et 15. Par contre la combinaison de ces deux facteurs est estimé par un coefficient de 07.
- L'erreur commise par le modèle sur les épaisseurs de la couche borurée de l'acier Z200CDV12 est faible ($r < 3\mu\text{m}$).

□ **Fonte FGS 400-15.**

- La température est le facteur qui présente l'effet le plus important avec coefficient de 35, suivi du facteur temps avec un coefficient de 30 et de l'effet combiné des facteurs avec un coefficient de 18.
- Les erreurs commises par le modèle prédit pour la boruration de la fonte FGS 400-15 sont dans un intervalle compris entre 3 et 18 μm .

Comme **perspectives**, il serait intéressant de compléter cette étude par :

- ✚ Etude de l'effet de la granulométrie de la poudre de boruration sur la formation des couches borurées.
- ✚ Etude des paramètres du traitement thermochimique de boruration permettant d'obtenir des couches borurées composées uniquement des borures Fe_2B .
- ✚ Réaliser des essais de résistance à l'usure des couches borurées formées.

ANNEXES

Annexe 1: Code Matlab de la représentation graphique de l'évolution de l'épaisseur de la couche borurée de l'acier A60 en fonction de la température et du temps de traitement.

```

display(' plan factoriel complet (02 facteurs à 03 niveaux) d un acier
A60');
%display('* Introduire les réponses du système');
%y1=input(' y1 = ');
%y2=input(' y2 = ');
%y3=input(' y3 = ');
%y4=input(' y4 = ');
%a0=(1/4)*(y1+y2+y3+y4);
%a1=(1/4)*(-y1+y2-y3+y4);
%a2=(1/4)*(-y1-y2+y3+y4);
%a12=(1/4)*(y1-y2-y3+y4);
display('* Calcul des coefficients du modele polynomial de second ordre
*');
x=[1 -1 -1 1 1 1;1 -1 0 1 0 0;1 -1 1 1 1 -1;1 0 -1 0 1 0;1 0 0 0 0 0;1 0
1 0 1 0;1 1 -1 1 1 -1;1 1 0 1 0 0;1 1 1 1 1 1];
%display('* Nuance: A60 *');
y=[54.5 89.1 118.0 87.6 146.5 177.5 110.2 182.3 254.0];
a=inv(x'*x)*x'*y';
a0=a(1,1);
a1=a(2,1);
a2=a(3,1);
a11=a(4,1);
a22=a(5,1);
a12=a(6,1);
fprintf(' a0 = %f\n',a0);
fprintf(' a1 = %f\n',a1);
fprintf(' a2 = %f\n',a2);
fprintf(' a11 = %f\n',a11);
fprintf(' a22 = %f\n',a22);
fprintf(' a12 = %f\n',a12);
display('* Réponse au centre du domaine');
fprintf(' a0 = %f\n',a0);
display('* Effet de la température');
fprintf(' a1 = %f\n',a1);
display('* Effet du temps');
fprintf(' a2 = %f\n',a2);
display('* Effet combiné de la température et du temps');
fprintf(' a12 = %f\n',a12);
display('* Le modèle dans le domaine centré réduit est: ');
fprintf('
*****\n');
fprintf(' yr = %4.5f +%4.5f x1 +%4.5f x2 +%4.5f x1 x2\n',a0,a1,a2,a12);
fprintf('
*****\n');
fprintf('* Transposition du modèle dans le domaine légale\n');
%T1=input(' T1 = ');
%T2=input(' T2 = ');
%t1=input(' t1 = ');
%t2=input(' t2 = ');
T1=900;
T2=1000;
t1=2;

```

```

t2=6;
T10=(T2-T1)/2;
T11=(T1+T2)/2;
t20=(t2-t1)/2;
t21=(t2+t1)/2;
%Calcul des coefficients du modèle
b0= a0-((a1*T11)/T10)-((a2*t21)/t20)+((a12*T11*t21)/(t20*T10));
b1=(a1/T10)-((a12*t21)/(t20*T10));
b2=(a2/t20)-((a12*T11)/(t20*T10));
b12= a12 / (t20*T10);
display('* Réponse au centre du domaine');
fprintf('  b0 = %f\n',b0);
display('* Effet de la température');
fprintf('  b1 = %f\n',b1);
display('* Effet du temps');
fprintf('  b2 = %f\n',b2);
display('* Effet combiné de la température et du temps');
fprintf('  b12 = %f\n',b12);
display('* Le modèle dans le domaine légal est: ');
fprintf('
*****\n');
fprintf('  y1 =  %4.5f +%4.5f A1 +%4.5f A2 +%4.5f A1 A2\n',b0,b1,b2,b12);
fprintf('
*****\n');
x1=-1:0.05:1;
x2=-1:0.05:1;
[X1,X2]=meshgrid(x1,x2);
Z=a0+a1*X1+a2*X2+a12*X1.*X2;
figure(1);contour(X1,X2,Z,6),[c,h]=contourf(X1,X2,Z,15);clabel(c,h);
colormap(white);
A1=900:0.05:1000;
A2=2:0.05:6;
[V,W]=meshgrid(A1,A2);
Z=b0+b1*V+b2*W+b12*V.*W;
figure(2);contour(V,W,Z,6),[c,h]=contourf(V,W,Z,15);clabel(c,h);

```

Annexe 2: Code Matlab de la représentation graphique de l'évolution de l'épaisseur de la couche borurée de l'acier Z200CDV12 en fonction de la température et du temps de traitement.

```

display(' plan factoriel complet (02 facteurs à 03 niveaux) d un acier
Z200CDV12');
%display('* Introduire les réponses du système');
%y1=input('  y1 = ');
%y2=input('  y2 = ');
%y3=input('  y3 = ');
%y4=input('  y4 = ');
%a0=(1/4)*(y1+y2+y3+y4);
%a1=(1/4)*(-y1+y2-y3+y4);
%a2=(1/4)*(-y1-y2+y3+y4);
%a12=(1/4)*(y1-y2-y3+y4);
display('* Calcul des coefficients du modele polynomial de second ordre
*');
x=[1 -1 -1 1 1 1;1 -1 0 1 0 0;1 -1 1 1 1 -1;1 0 -1 0 1 0;1 0 0 0 0 0;1 0
1 0 1 0;1 1 -1 1 1 -1;1 1 0 1 0 0;1 1 1 1 1 1];
%display('* Nuance: A60 *');
y=[28.2 32.1 44.6 43.5 56.8 69.3 54.2 74.0 99.9];
a=inv(x'*x)*x'*y';
a0=a(1,1);

```

```

a1=a(2,1);
a2=a(3,1);
a11=a(4,1);
a22=a(5,1);
a12=a(6,1);
fprintf(' a0 = %f\n',a0);
fprintf(' a1 = %f\n',a1);
fprintf(' a2 = %f\n',a2);
fprintf(' a11 = %f\n',a11);
fprintf(' a22 = %f\n',a22);
fprintf(' a12 = %f\n',a12);
display('* Réponse au centre du domaine');
fprintf(' a0 = %f\n',a0);
display('* Effet de la température');
fprintf(' a1 = %f\n',a1);
display('* Effet du temps');
fprintf(' a2 = %f\n',a2);
display('* Effet combiné de la température et du temps');
fprintf(' a12 = %f\n',a12);
display('* Le modèle dans le domaine centré réduit est: ');
fprintf('
*****\n');
fprintf(' yr = %4.5f +%4.5f x1 +%4.5f x2 +%4.5f x1 x2\n',a0,a1,a2,a12);
fprintf('
*****\n');
fprintf('* Transposition du modèle dans le domaine légale\n');
%T1=input(' T1 = ');
%T2=input(' T2 = ');
%t1=input(' t1 = ');
%t2=input(' t2 = ');
T1=900;
T2=1000;
t1=2;
t2=6;
T10=(T2-T1)/2;
T11=(T1+T2)/2;
t20=(t2-t1)/2;
t21=(t2+t1)/2;
%Calcul des coefficients du modèle
b0= a0-((a1*T11)/T10)-((a2*t21)/t20)+((a12*T11*t21)/(t20*T10));
b1=(a1/T10)-((a12*t21)/(t20*T10));
b2=(a2/t20)-((a12*T11)/(t20*T10));
b12= a12/(t20*T10);
display('* Réponse au centre du domaine');
fprintf(' b0 = %f\n',b0);
display('* Effet de la température');
fprintf(' b1 = %f\n',b1);
display('* Effet du temps');
fprintf(' b2 = %f\n',b2);
display('* Effet combiné de la température et du temps');
fprintf(' b12 = %f\n',b12);
display('* Le modèle dans le domaine légal est: ');
fprintf('
*****\n');
fprintf(' y1 = %4.5f +%4.5f A1 +%4.5f A2 +%4.5f A1 A2\n',b0,b1,b2,b12);
fprintf('
*****\n');
x1=-1:0.05:1;
x2=-1:0.05:1;
[X1,X2]=meshgrid(x1,x2);

```

```

Z=a0+a1*X1+a2*X2+a12*X1.*X2;
figure(1);contour(X1,X2,Z,6),[c,h]=contourf(X1,X2,Z,15);clabel(c,h);
colormap(white);
A1=900:0.05:1000;
A2=2:0.05:6;
[V,W]=meshgrid(A1,A2);
Z=b0+b1*V+b2*W+b12*V.*W;
figure(2);contour(V,W,Z,6),[c,h]=contourf(V,W,Z,15);clabel(c,h);
colormap(white);

```

Annexe 3: Code Matlab de la représentation graphique de l'évolution de l'épaisseur de la couche borurée de la fonte FGS 400-15 en fonction de la température et du temps de traitement.

```

display(' plan factoriel complet (02 facteurs à 03 niveaux) de la fonte
GS');
%display('* Introduire les réponses du système');
%y1=input(' y1 = ');
%y2=input(' y2 = ');
%y3=input(' y3 = ');
%y4=input(' y4 = ');
%a0=(1/4)*(y1+y2+y3+y4);
%a1=(1/4)*(-y1+y2-y3+y4);
%a2=(1/4)*(-y1-y2+y3+y4);
%a12=(1/4)*(y1-y2-y3+y4);
display('* Calcul des coefficients du modele polynomial de second ordre
*');
x=[1 -1 -1 1 1 1;1 -1 0 1 0 0;1 -1 1 1 1 -1;1 0 -1 0 1 0;1 0 0 0 0 0;1 0
1 0 1 0;1 1 -1 1 1 -1;1 1 0 1 0 0;1 1 1 1 1 1];
%display('* Nuance: A60 *');
y=[52.1 67.0 87.6 75.1 93.5 110.3 80.4 149.1 186.6];
a=inv(x'*x)*x'*y';
a0=a(1,1);
a1=a(2,1);
a2=a(3,1);
a11=a(4,1);
a22=a(5,1);
a12=a(6,1);
fprintf(' a0 = %f\n',a0);
fprintf(' a1 = %f\n',a1);
fprintf(' a2 = %f\n',a2);
fprintf(' a11 = %f\n',a11);
fprintf(' a22 = %f\n',a22);
fprintf(' a12 = %f\n',a12);
display('* Réponse au centre du domaine');
fprintf(' a0 = %f\n',a0);
display('* Effet de la température');
fprintf(' a1 = %f\n',a1);
display('* Effet du temps');
fprintf(' a2 = %f\n',a2);
display('* Effet combiné de la température et du temps');
fprintf(' a12 = %f\n',a12);
display('* Le modèle dans le domaine centré réduit est: ');
fprintf('
*****\n');
fprintf(' yr = %4.5f +%4.5f x1 +%4.5f x2 +%4.5f x1 x2\n',a0,a1,a2,a12);
fprintf('
*****\n');

```

```

fprintf('* Transposition du modèle dans le domaine légale\n');
%T1=input(' T1 = ');
%T2=input(' T2 = ');
%t1=input(' t1 = ');
%t2=input(' t2 = ');
T1=900;
T2=1000;
t1=2;
t2=6;
T10=(T2-T1)/2;
T11=(T1+T2)/2;
t20=(t2-t1)/2;
t21=(t2+t1)/2;
%Calcul des coefficients du modèle
b0= a0-((a1*T11)/T10)-((a2*t21)/t20)+((a12*T11*t21)/(t20*T10));
b1=(a1/T10)-((a12*t21)/(t20*T10));
b2=(a2/t20)-((a12*T11)/(t20*T10));
b12= a12/(t20*T10);
display('* Réponse au centre du domaine');
fprintf(' b0 = %f\n',b0);
display('* Effet de la température');
fprintf(' b1 = %f\n',b1);
display('* Effet du temps');
fprintf(' b2 = %f\n',b2);
display('* Effet combiné de la température et du temps');
fprintf(' b12 = %f\n',b12);
display('* Le modèle dans le domaine légal est: ');
fprintf('
*****\n');
fprintf(' y1 = %4.5f +%4.5f A1 +%4.5f A2 +%4.5f A1 A2\n',b0,b1,b2,b12);
fprintf('
*****\n');
x1=-1:0.05:1;
x2=-1:0.05:1;
[X1,X2]=meshgrid(x1,x2);
Z=a0+a1*X1+a2*X2+a12*X1.*X2;
figure(1);contour(X1,X2,Z,6),[c,h]=contourf(X1,X2,Z,15);clabel(c,h);
colormap(white);
A1=900:0.05:1000;
A2=2:0.05:6;
[V,W]=meshgrid(A1,A2);
Z=b0+b1*V+b2*W+b12*V.*W;
figure(2);contour(V,W,Z,6),[c,h]=contourf(V,W,Z,15);clabel(c,h);
colormap(white);

```

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.

1. H. Moissan. Séances Acad. Sci. 120 (1895), p. 174.
2. E. Meléndez, I. Campos, E. Rocha, M. A. Barrón, Structural and strength characterization of steels subjected to boriding thermochemical process, *Materials Science and Engineering. A* 234-236 (1997), pp. 900-903.
3. ASM Handbook, Heat Treatment, 4, p. 978.
4. R.D.T. Whittle, V.D. Scott, Sliding-wear evaluation of boronized austenitic alloys, *met. Technol.* 11 (1984), pp. 522-529.
5. V.P. Glukhov, Boronizing steel, *Soviet Powder Metall. Met. Ceram.* 4 (76) (1969), pp. 278-283.
6. C. Badini, C. Gianoglio, G. Pradelli, The effect of carbon, chromium and nickel on the hardness of boride layers, *Surf. Coat. Technol.* 30 (1987), pp. 157-170.
7. B. Selcuk, R. Ipek, M.B. Karamis, A study on friction and wear behavior of carburised, carbonitrided and borided AISI 1020 and 5115 steels, *J. Mater. Process. Technol.* 141 (2003), pp. 189-196.
8. J. Cataldo, D. Harraden, F. Galligani, Boride surface treatments, *Adv. Mater. Process* 157 (4) (2000), pp. 35-38.
9. O. Kubaschewski, "Fe-B, Iron-Boron" of volume Iron-Binary phase diagrams, Springer-Verlag, (1982), pp 15-18.
10. K. Matiasovsky, et al. *Surf. Coat, Technol.* 35 (1998), p. 133.
11. L.S. Lyakhovich, et al. *Met. Sci, Heat. Treat.* 18 (1976), p. 647.
12. C. Bindal, H.Ucisik, *Surf. Coat. Technol.* 122 (1999), p. 208
13. O. Allaoui, Mémoire de Magister, ENPA, (1995).
14. M. Kulka, A. Pertek, *Appl. Surf. Sci.* 214 (2003), p. 278.
15. K. S. Nam, et al. *Surf. Coat., Technol.* 98 (1998), p. 886.
16. David Israël bravo barcenás, Formación y caracterización de capas duras en aceros aisi 1045, México d.f. julio del (2010).
17. A. G. v. Matushka, Boronizing, Carl Hansen Verlag, Heyden & Son, Minchienne, Philadelphie, (1980).
18. W. Gräfen and B. Edenhofer, New developments in thermo-chemical diffusion processes, *Surface and Coatings Technology*, 200 (2005), pp. 1830-1836.

19. L. Segers, A. Fontana and R. Winand, Electrochemical boriding of iron molten salts, *Electrochimica Acta*, 36 (1991), pp. 41-47.
20. A. Galibois, O. Boutenko, B. Voyzelle, Mécanisme de formation des couches borurées, sur les aciers à haut carbone, technique des pâtes, *Acta Metallurgica*, (1980), pp. 1753-1763.
21. T.W. Spence and M.M. Makhlof, Characterization of the operative mechanism in potassium fluoborate activated pack boriding of steels, *Journal of Materials Processing Technology*, 168 (2005), pp. 127-136.
22. S. Audio, M. Caillet, A. Galerie and H. Mazille, *Revetements et traitements de surface—fonctionnalités, durabilité, procédés*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, (1999).
23. M. Cartier, *Guide d'emploi des traitements de surfaces appliqués au problème de frottement*, éd. H.E.D Groupe, Tec & Doc, Paris, (2000).
24. K. Stewart, Boronizing protects metals against wear, *Advanced Materials and Process*, 151 (1997), pp. 23 – 25.
25. ASTM A247-06 Standard Test Method for Evaluating the Microstructure of Graphite in Iron Castings.
26. E. Meléndez, I. Campos, E. Rocha, M. A. Barrón, Structural and strength characterization of steels subjected to boriding thermochemical process, *Materials Science and Engineering A* 234-236 (1997), pp. 900-903.
27. V.P. Glukhov, Boronizing steel, *Soviet Powder Metall. Met. Ceram.* 4 (76) (1969), pp. 278-283.
28. C. Martini, G. Palombarini, G. Poli, D. Prandstraller, Sliding and abrasive wear behavior of boride coatings, *wear* 256 (2004), pp. 608 – 613.
29. H. Kunst, O. Schaaber. *Hart. Tech. Mitt.* 22 (1967), p. 275 .
30. C. M. Brakman, A. W. J. Gommers, E. J. Mittemeijer, Boronizing of Fe and Fe-C, Fe-Cr, and Fe-Ni alloys; boride layer growth kinetics, *J. Mater. Res.* 4 (6) (1989), pp. 1354-1370.
31. L.G. Yu, X.J. Chen, K.A. Khor, G. Sundararajan, FeB/Fe₂B phase transformation Boride layer growth kinetics, (2005).
32. A. Graf von Matuschka, *Boronizing*, Carl Hanser Verlag. Munich, FRG (1980).
33. <http://www.bortec.de/boronizing.htm>.
34. I. Campos Silva, *Tratamientos térmicos de la A a la Z*. Ed, Trillas, pp. 204–209.

35. R. Arenal de la concha, Synthèse de nanotubes de nitrure de bore : études de la structure et des propriétés vibrationnelles et électroniques, thèse de doctorat, (2005).
36. L. G. Yu, X. J. Chen, K. A. Khor, G. Sundararajan, *Acta Materialia* 53(2005), pp. 2361-2368.
37. A.J. Ninham and I.M. Hutchings, *Wear of Materials*, 1(1989), pp. 121-127.
38. M.E. Blanter, N.P. Bosedin, *Metalloved, Term. Obra. Met.*, 6(1955), pp. 3-9.
39. A. Graf von Matuschka, *Boronizing*, Hanser, (1980).
40. H.C. Fiedler and W.J. Hayes, *Met. Trans. A*, 1A (1970), pp. 1070-1073.
41. K.H. Habig and R. Chatterjee-Fischer, *Tribol. Int.*, 14 (4) (1981), pp. 209-215.
42. G. Palombarini, M. Carbucchio, and L. Cento, *J. Mater. Sci.*, 19 (1984), p. 3732.
43. V.I. Pokmurskii, V.G. Protsik, and A.M. Mokrava, *Sov. Mater. Sci.*, 10 (1980), p. 185.
44. P. Goeurist, R. Fillitt, F. Thevenol, J.H. Driver, and H. Bruyas, *Mater. Sci. Eng.*, 55 (1982), pp. 9-19.
45. G.V. Samsonov and A.P. Epik, In *Coatings on High Temperature Materials*, Part I, H.H. Hausner, Ed., Plenum Press, (1966), pp. 7-111.
46. Norme NF A 04-204, Détermination de l'épaisseur totale ou conventionnelle des couches minces durcies superficielles, Rapport technique, Norme française, (1975).
47. T.W. Spence and M.M. Makhlof, Characterization of the operative mechanism in potassium fluoborate activated pack boriding of steels, *Journal of Materials Processing Technology*, 168 (2005), pp. 127-136.
48. ASTM E 384–99 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials.
49. Z. Nait Abdellah, M. Keddou, R. Chegroune, O. Azouani, O. Allaoui, A. Elias, Characterization and boriding kinetics of C38 carbon steel: effect of the process time, *Matériaux & Techniques*, 100 (2012), pp.271-278.
50. V.I. Dybkov, L.V. Goncharuk, V.G. Khoruzha, K.A. Meleshevich, A.V. Samelyuk, and V.R. Sidorko, Diffusional Growth Kinetics of Boride Layers on Iron-Chromium Alloys, *Solid State Phenomena*, 138 (2008), pp. 181-188.
51. I. Ozbek, C. Bindal, *Surf. Coat. Technol.* 154 (2002), p.14.

52. Ugur Sen, Saduman Sen, Fevzi Yilmaz, *Surface and Coatings Technology*, 176 (2004), pp. 222–228.
53. S. Lampman, *ASM Handbook: Introduction to Surface Hardening of Steels, Heat Treating*, 4 (1991).
54. A.K. Sinha, *Boriding*, 4 (1990).
55. O. Allaoui, N. Bouaouadja, G. Saindernain, *Surf. Coat. Tech.* 201 (2006), pp. 3475-3482
56. Maurice Pillet, *Les plans d'expériences par la méthode Taguchi*, Les éditions d'organisation, Paris, (1997).
57. Jacques GOUPY, *Plans d'expériences pour surfaces de réponses*, Edition Dunod, (2001).
58. Stéphane Vivier, *Stratégies d'optimisation par la méthode des plans d'expériences et application aux dispositifs électrotechniques modélisés par éléments finis*, thèse de doctorat, ECL, (2002).
59. Sandrine Karam, *Application de la méthodologie des plans d'expériences et de l'analyse de données à l'optimisation des processus de dépôt*, thèse de doctorat, UDL, (2004).
60. François Rabier, *Modélisation par la méthode des plans d'expériences du comportement dynamique d'un module IGBT utilisé en traction ferroviaire*, thèse de doctorat, INPT, (2007).

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1-1: Composition chimique des agents borurants [16].....	17
Tableau 1-2: composition chimique des poudres de carbure de bore.....	22
Tableau 1-3: Propriétés chimiques et mécaniques des borures de fer [32-34].....	24
Tableau 1-4: Applications industrielles des aciers borurés [3].....	32
Tableau 2-1: Composition chimique de A60 (en % de masse).....	34
Tableau 2-2: Composition chimique de Z200CDV12 (en % de masse).....	34
Tableau 2-3: Composition chimique de la fonte FGS 400-15 (en % masse).....	35
Tableau 2-4: Conditions du TTC de boruration.....	37
Tableau 3-1: Epaisseurs de la couche borurée mesurées sur l'acier A60 au cours du temps pour 900, 950 et 1000°C.....	48
Tableau 3-2: Epaisseurs de la couche borurée mesurées sur l'acier Z200CDV12 au cours du temps à 900, 950 et 1000°C.....	53
Tableau 3-3: Epaisseur de la couche borurée de la fonte FGS 400-15 après un traitement de 2, 4 et 6 h à 900, 950 et 1000°C.....	57
Tableau 4-1: Données expérimentales du TTC de boruration des aciers A60 et Z200CDV12 et de la fonte FGS 400-15.....	70
Tableau 4-2: Matrices des expériences du TTC de boruration des aciers A60 et Z200CDV12 et de la fonte FGS 400-15.....	74
Tableau 4-3: Coefficients du modèle relatifs aux trois nuances.....	74
Tableau 4-4: Analyse de la régression linéaire.....	76
Tableau 4-5: Analyse de la régression linéaire de l'acier A60.....	77
Tableau 4-6: Analyse de la régression linéaire de l'acier Z200CDV12.....	77
Tableau 4-7: Analyse de la régression linéaire de la fonte FGS 400-15.....	77
Tableau 4-8: Analyse statistique du modèle.....	79
Tableau 4-9: Analyse statistique du modèle de l'acier A60.....	79
Tableau 4-10: Analyse statistique du modèle de l'acier Z200CDV12.....	80
Tableau 4-11: Analyse statistique du modèle de la fonte FGS 400-15.....	81
Tableau 4-12: Comparaison entre les épaisseurs de la couche borurée (FeB+Fe ₂ B) expérimentales et celles prédites par le modèle.....	83

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1: Duretés superficiels obtenues par les différents traitements de durcissement superficiel.....	16
Figure 1-2: Diagramme Fer-Bore [9].....	18
Figure 1-3: Structure de la phase FeB projetée sur le plan cristallographique (010).....	25
Figure 1-4: Structure de la phase Fe ₂ B projetée sur le plan cristallographique (001).....	25
Figure 1-5: Effet des éléments d'alliages sur la couche borurée des aciers [38,45].....	28
Figure 2-1: Micrographie MEB de la morphologie de la poudre de boruration.....	36
Figure 2-2 : Analyse par EDS de la composition chimique de la poudre de boruration : (a) Analyse qualitative. (b) Analyse quantitative.....	36
Figure 2-3: Dispositif de boruration des échantillons : (a) Conteneur des échantillons, (b) disposition des échantillons dans le conteneur et (c) échantillon boruré.....	38
Figure 2-4: Méthode de mesure de la couche borurée.....	43
Figure 2-5: La mesure expérimentale de l'angle de diffraction θ	45
Figure 3-1: Micrographie optique de la surface d'un échantillon en acier A60, attaqué au nital.....	47
Figure 3-2: Observation au MO d'une Section droite d'un échantillon en acier A60 borurée à 1000°C pendant 6 h.....	47
Figure 3-3: Micrographie MEB d'une section droite de l'échantillon A60 borurée à 1000°C pendant 6 h.....	48
Figure 3-4: Variation de l'épaisseur couche borurée de l'acier A60 en fonction du temps pour les trois températures de traitements.....	48
Figure 3-5: Profils de microdureté obtenus sur l'acier borurée A60.....	49
Figure 3-6 : Spectre de diffraction des rayons X d'un acier A60 boruré avec Une profondeur de 254 μm	50
Figure 3-7: Microstructure de base de l'acier Z200CDV12, observé au MO en fond noir.....	51

Figure 3-8: Observations en MO d'une section droite de l'acier Z200CDV12 après une boruration à 1000°C pendant 6 h.....	51
Figure 3-9: Micrographie MEB d'une section droite de l'acier Z200CDV12 borurée à 1000°C pendant 6 h.....	52
Figure 3-10: Evolution de l'épaisseur couche borurée de l'acier Z200CDV12 fonction du temps à différentes températures de traitements.....	53
Figure 3-11: Profils de microdureté obtenus sur l'acier Z200CDV12 boruré à 900°C/2 h et 1000°C/6 h.....	53
Figure 3-12 : Spectre de diffraction des rayons X d'un acier Z200CDV12 boruré avec une profondeur de 99,9 µm.....	55
Figure 3-13: Observation au MO en mode DIC de la microstructure de base de la fonte FGS 40-15.....	54
Figure 3-14: Observation au MO en mode DIC de la morphologie des borures formés sur la fonte FGS 400-15 après un traitement à 1000°C / 2 h.....	56
Figure 3-15: Evolution de l'épaisseur de la couche borurée de la fonte FGS 400-15 en fonction du temps à des températures de 900, 950 et 1000°C.....	57
Figure 3-16: Profils de microdureté obtenus sur la fonte FGS 400-15 après 900°C/2 h et 1000°C/6 h de traitement.....	57
Figure 3-17 : Spectre de diffraction des rayons X de la fonte FGS 400-15 borurée avec une profondeur de 186,6 µm.....	58
Figure 3-18: Evaluation du coefficient de diffusion du bore dans la couche borurée de l'acier A60.....	60
Figure 3-19: Evaluation du coefficient de diffusion du bore dans la couche borurée de l'acier Z200CDV12.....	61
Figure 3-20: Evaluation du coefficient de diffusion du bore dans la couche borurée de la fonte FGS 400-15.....	62
Figure 4-1: Domaine de variation du facteur.....	67
Figure 4-2: Représentation des coordonnées qui définissent un point expérimental.....	68
Figure 4-3: Domaine d'étude défini par l'expérimentateur.....	68

Figure 4-4: Les réponses associées aux points du domaine d'étude forment la surface de réponse.....	69
Figure 4-5: position des points expérimentaux dans le DE.....	72
Figure 4-6: Effets des facteurs sur le TTC de boruration de A60.....	82
Figure 4-7: Effets des facteurs sur le TTC de boruration de 200CDV12.....	84
Figure 4-8: Effets des facteurs sur le TTC de boruration de la FGS 400-15.....	84
Figure 4-9: Courbes isoréponses du TTC de boruration: (a) A60, (b) Z200CDV12 et (c) Fonte FGS 400-15.....	87