

UNIVERSITÉ SAAD DAHLEB DE BLIDA

Faculté des Sciences de l'ingénieur
Département De Génie Mécanique

MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : construction mécanique

ETUDE DE LA CINETIQUE DES COUCHES BORUREES PAR POUDRE ET ETUDE DE LEUR RESISTANCE A L'USURE

Par

HIRECHE AHMED

Devant Le Jury Composé De :

N. BACHA	Professeur, U. de Blida	Président
M. HADJI	Professeur, U. de Blida	Examineur
I. LEFKAIER	Maître de conférence, U. de Laghouat	Examineur
A. BRAHIMI	Chargé de cours, U. de Blida	Rapporteur
O. ALLAOUI	Chargé de cours, U. de Laghouat	Co-rapporteur

Blida, JUIN 2005

ملخص

البوررة حرارة كيميائية يحدث فيها انبثاات البور من الوسط المبورر للقطعة المعدنية المعالجة وينتج عن ذلك طبق مبوررة عالية القسوة تقاوم البلى والتآكل .

في بحثنا هذا أجريت بوررة الفولاذ XC38 بإستعمال المسحوق وذلك باستخدام خليط يتكون من 5% B_4C ، 5% $NaBF_4$ و 90% SiC حيث توضع العينات بعد تحضيرها في بوتقة بحيث يحيط بكل عينة كمية من المسحوق لا يقل سمكها عن 1سم، وتغلق بإحكام حتى لا تسمح بتسرب الغازة أثناء المعالجة الحرارية وذلك بوضع طبقة من الطين على مغلقتها، ثم توضع داخل الفرن المضغوط على 900°م مدة 4 ساعات.

بعد التبريد الهوائي تستخرج العينات وتنظف بسهولة.

بإستعمال المجهر الضوئي والمجهر الإلكتروني وجهاز الأشعة السينية تم التعرف على الطبقة المبوررة ثنائية الطورين الناتجة بحيث يتكون طورها الخارجي من FeB والداخلي من Fe_2B .

بينت التجارب الميكانيكية لبلى الإحتكاك وبلى الحت تحسنا جيدا لمقاومة البلى من طرف الطبقات المبوررة للفولاذ

XC18

ABSTRACT

In this process boron is diffused into a metal surface, the layer formed is extremely hard, wear resistant and somewhat corrosion resistant.

The boronizing treatment of XC38 steel was carried out pack cementation using 5%B₄C, 90%SiC and 5% NaBF₄ mixture at 900°C for 4 hours in specially designed cylindrical container, where the pretreated specimens to be coated were placed with intimately mixed powder compound, ensuring that at least a one centimeter thick layer of the compound mixture was present around each sample.

The identification of the phases were carried out using a light microscope, electronic microscope and diffractometre.

Boronizing of XC38 steel with the described powder mixture led to the formation of biphased layer FeB/Fe₂B. The FeB phase was the outer and Fe₂B occupied the inner part.

The toothed shaped morphology of both layers is the result of the rapid boron diffusion.

Mechanical test of abrasive and erosive wear have well shown the resistance improvement to the wear brought about by boric treatment of XC38 steel

RESUME

La boruration est un traitement thermochimique dans lequel le bore diffuse à la surface de la pièce métallique à traiter et forme des couches borurées d'une dureté très élevée présentant une grande résistance à l'usure par frottement ou par abrasion, ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion par les acides et les métaux fondus.

Dans ce travail un acier XC38 a été boruré par la méthode des poudres, le milieu de boruration utilisé est un mélange composé de 90%SiC, 5%B₄C et 5%NBF₄.

La couche borurée obtenue est une couche biphasée constituée du borure FeB à l'extérieur et Fe₂B à l'intérieur.

Des essais mécaniques, d'usure abrasive et érosive ont bien montré l'amélioration de la résistance à l'usure qu'apporte le traitement de boruration à l'acier XC38.

REMERCIEMENTS

Je veux exprimer ma reconnaissance au docteur A. BRAHIMI Chargé de cours à l'Institut de Génie Mécanique de l'Université de Blida pour l'encadrement de ce travail.

Je tiens à remercier Monsieur O. Allaoui Chargé de Cours à l'Université de Laghouat, qui a assuré la co-direction de ce mémoire. Ses conseils et ses encouragements tout au long de ce travail m'ont été d'une grande utilité

Mes remerciements vont également à tous les enseignants de l'Institut de Génie Mécanique de l'Université de Blida et aux responsables du Laboratoire du Génie de procédé de l'Université de Laghouat pour toute l'aide qu'ils m'ont fournie, sans oublier les responsables du Département de Génie Mécanique de l'Université de Laghouat de m'avoir permis d'utiliser les équipements de l'établissement.

Je tien à exprimer ma profonde gratitude à :

- Monsieur N. BACHA, Professeur à l'université de Blida, qui a bien voulu accepter de présider le jury de soutenance de ce Mémoire ;
- Monsieur M. HADJI, Professeur à l'université de Blida, pour avoir accepté d'assumer la tache lourde d'examineur,
- Monsieur I. LEFKAIER, Maître de conférence à l'université de Laghouat, pour avoir accepté d'assumer la tache lourde d'examineur,

Enfin, je n'oublie pas tous ceux qui ont contribué de près ou de loin l'élaboration de ce travail particulièrement Messieurs M. BenBahaz, KH. Abdessamed

TABLE DES MATIERES

RESUME	
REMERCIEMENTS	
TABLE DE MATIERES	
LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX	
INTRODUCTION.....	11
1. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR L'USURE	13
1.1 Définition de l'usure	13
1.2 Classifications de l'usure.....	14
1.2.1 L'usure adhésive	15
1.2.2 L'usure abrasive	17
1.2.3 L'usure érosive	19
1.2.4 Usure par fatigue.....	21
1.2.5 Usure par fretting	22
1.2.6 Autres types d'usure.....	23
1.3 Les facteurs de l'usure.....	24
1.3.1 Le mode de contact.....	24
1.3.2 L'état de surface	25
1.3.3 La charge.....	25
1.3.4 La vitesse relative entre les surfaces en contact.....	26
1.3.5 Ambiance.....	26
1.3.6 Le frottement.....	27
1.3.7 La nature de matériau.....	31
1.4 Les moyens pour lutter contre l'usure.....	31
2. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LA BORURATION	38
2.1 Généralités	38
2.2 Technique de boruration	38
2.2.1 Boruration en milieu gazeux.....	38
2.2.2 Boruration en milieu liquide.....	40
2.2.3 Procédé de Boruration en milieu solide.....	43
2.3 Boruration en milieu solide.....	47
2.3.1 Les poudres à base de bore	48
2.3.2 Les poudres à base de ferrobore.....	49
2.3.3 Les poudres de carbure de bore	50
2.3.4 Rôle des activateurs dans les poudres de boruration.....	51
2.4 Etude du système binaire Fer-Bor	54
2.5 Propriétés des couches borurées.....	56
2.6 Etude des équilibres thermodynamiques dans le ciment de boruration.....	59
2.7 Formation et croissance des couches borurées	61

2.8 Matériaux susceptibles à la boruration.....	63
2.9 Applications industrielles de la boruration.....	64
3. TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	67
3.1 Boruration des échantillons.....	67
3.1.1 Acier utilisé.....	67
3.1.2 Préparations des échantillons avant boruration.....	68
3.1.3 Traitement de Borurations des échantillons.....	69
3.1 Caractéristiques chimique et micro structurale des échantillons borurées.....	71
3.2.1 Diffraction des rayons x	71
3.2.2 Microscope optique.....	72
3.2.3 Microscope électronique à balayage.....	72
3.2.4 Mesure de l'épaisseur de la couche borurée	72
3.3 Caractéristiques mécaniques des échantillons borurées.....	74
3.3.1 Essais de microdureté.....	74
3.3.2 Essai d'usure abrasive « pion-disque ».....	75
3.3.3 Essai d'usure érosive.....	78
4. CARACTERISATION CHIMIQUE ET MICRO STRUCTURALE DES	
ECHANTILLONS BORUREE.....	82
4.1 Boruration des échantillons.....	82
4.2 Nature et morphologie des couches borurée.....	84
4.3 Morphologie des couches borurée.....	84
4.4 Identification des échantillons borurées par diffraction des rayons X.....	85
4.5 Cinétique de croissance des borurées.....	88
5. CARACTERISATION MECANIQUE ET RESISTANCE A L'USURE.....	99
5.1 Microduretés des couches borurées.....	99
5.2 Essais d'usure abrasive.....	101
5.2.1 Influence de la taille des particules abrasives.....	102
5.2.2 Influence de la charge appliquée.....	104
5.2.3 Influence de la vitesse de rotation ou de glissement.....	105
5.3 Essais d'usure érosive.....	107
5.3.1 Influence de la taille des particules érosives.....	109
5.2.2 Influence de la l'angle d'impact des particules.....	110
5.5.3 Influence de la vitesse d'impact des particules.....	111
CONCLUSION.....	112
RECOMMANDATIONS.....	114
REFERENCES.....	
APENDICE A.....	
LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS.....	

LISTE DES ILLUSTRATION, GRAPHIQUES ET FIGURES

Figure 1.1	Etapas successives du mécanisme d'usure par adhérence	16
Figure 1.2	Mécanisme d'usure par abrasion	18
Figure 1.3	Mécanisme d'usure par érosion	20
Figure 1.4	Mécanisme d'usure par fatigue	21
Figure 1.5	Mécanisme d'usure par fretting	22
Figure 1.6	Exemple de mode de contact entre corps solides	25
Figure 1.7	Schématisation des trois composantes qui constituent la force de frottement de glissement Totale	29
Figure 1.8	Frottement de roulement	30
Figure 1.9	Procédés de traitements mécaniques et thermiques de surface	35
Figure 1.10	Quelques procédés de traitements thermochimiques des surfaces	37
Figure 2.1	Diagramme d'équilibre du système binaire	54
Figure 2.2	Forme typique des couches borurées obtenues sur les aciers	56
Figure 2.3	Types de couches borurées obtenues en fonction du milieu et des conditions de boruration	57
Figure 2.4	Variation des coefficients de diffusion du bore, du carbone et de l'azote en fonction de l'inverse de la température	62
Figure 3.1	Echantillons utilisé	68
Figure 3.2	Disposition des échantillons dans le ciment à l'intérieur du creuset avant introduction dans le four	70
Figure 3.3 a	La première méthode de mesure de l'épaisseur de la couche borurée	73
Figure 3.3 b	La première méthode de mesure de l'épaisseur de la couche borurée	74
Figure 3.3 c	La troisième méthode de mesure de l'épaisseur de la couche borurée	74
Figure 3.4	la forme et les dimensions du pion utilisé	75
Figure 3.5	Tribomètre utilisé pour les essais d'usure abrasive « pion-disque »	76
Figure 3.6	Dispositif utilisé pour les essais d'usure érosive par des particules solides	79
Figure 4.1	Couche borurée obtenue sur l'échantillon traité à partir d'une poudre constituée de 5% B ₄ C, 5%NaBF ₄ et 90%SiC et pour un traitement de 4 heures à 900°C	83

Figure 4.2	Couche borurée obtenue sur l'échantillon XC38 traité dans un bord arrondi (Attaque Nital 4%)	83
Figure 4.3	Couche borurée obtenue sur l'échantillon XC38 par microscopie électronique à balayage en électrons rétrodiffusés	85
Figure 4.4	Diffractogramme des rayons X obtenu sur un acier XC38 boruré	86
Figure 4.5	Les différentes zones obtenues sur un acier XC38 après un traitement de boruration	87
Figure 4.6	Variation de l'épaisseur des couches borurées en fonction de la température et la durée de boruration.	89
Figure 4.7	Variation $\ln(D)$ en fonction de $1/T$ de la couche borurée pour les différentes températures avec une durée de maintien de 8 heures.	90
Figure 4.8	Gain de masse enregistré sur les échantillons borurées dans des températures comprises entre 800 et 900°C	93
Figure 4.9	Gain de masse enregistré sur les échantillons borurées dans des températures comprises entre 950 et 1050°C	93
Figure 4.10	Variation de l'épaisseur calculée des couches borurées pour les températures comprises entre 800 et 900°C.	96
Figure 4.11	Variation de l'épaisseur calculée des couches borurées pour les températures comprises entre 800 et 900°C.	97
Figure 4.12	Filation de microdureté Vickers sur un échantillon en acier XC38 à partir de la couche borurée jusqu'au substrat	100
Figure 4.13	Traces d'usures laissées par les particules abrasives en carbure de silicium sur la surface borurée d'un échantillon testé.	102
Figure 5.3	Perte de masse en fonction de la granulométrie des particules abrasives en carbure de silicium.	103
Figure 5.4	Variation du taux d'usure en fonction de la charge appliquée sur les échantillons testés sur un papier abrasif de grade 400.	104
Figure 5.5	Variation de la perte de masse en fonction de la vitesse de rotation du disque de papier abrasif.	106
Figure 5.6	Cratère obtenu sur la couche borurée suite à un essai d'érosion par des Particules solides ayant un angle d'impact de 90°.	108
Figure 5.7	Petits cratère obtenu sur la couche borurée suite à un essai d'érosion par des particules solides ayant un angle d'impact de 90°	108

Figure 5.8	Perte de masse enregistrée sur la surface exposée à l'érosion en fonction de la taille des particules d'érosion.	109
Figure 5.9	Perte de masse enregistrée sur la surface exposée à l'érosion en fonction de l'angle d'impact des particules d'érosion.	110
Figure 4.11	Perte de masse enregistrée sur la surface exposée à l'érosion en fonction de la vitesse d'impact des particules d'érosion.	111
Tableau 1.1	Matériaux utilisés comme particules abrasives	19
Tableau 2.1	Propriété des composées sources de bore dans la boruration en milieu gazeux	40
Tableau 2.2	Quelques compositions chimiques des sels fondus utilisés dans les procédés électrochimique de boruration	41
Tableau 2.3	Quelques compositions chimiques des sels fondus utilisés dans les procédés thermochimiques de boruration	43
Tableau 2.4 :	Compositions chimiques des mélanges et paramètres de boruration utilisés dans la technique des pâtes	44
Tableau 2.5 :	Boruration par la technique des poudres	53
Tableau 2.6:	Solubilité du bore dans le fer à différente température	55
Tableau 2.7 :	L'évolution des réactions de boruration dans un ciment qui contient le fluoroborate de sodium	60
Tableau 2.8 :	Facteurs de fréquence et énergies d'activation de diffusion du bore	62
Tableau 2.9 :	Quelques exemples d'utilisation industrielle des pièces borurées	66
Tableau 3.1 :	Composition chimique de deux aciers XC38 et XC18 en pourcentage massique	67
Tableau 3.2 :	Températures et durées de maintien des traitements de boruration réalisés pour l'étude de la cinétique de croissance	71
Tableau 3.3 :	Paramètres opératoires lors de l'étude de l'influence de la granulométries du papier abrasif sur le taux d'usure	76
Tableau 3.4 :	Vitesses de rotation utilisées, Vitesses de glissement correspondantes et les distance parcourues	77
Tableau 3.5:	Paramètre opératoires de l'étude de l'influence de la charge appliquées sur le taux d'usure	78
Tableau 3.6:	Les classes granulométries utilisées dans les essais	79

Tableau 3.7: Les pressions et les vitesses d'impact des particules correspondantes	81
Tableau 3.8: Les principales caractéristiques techniques de la balance utilisée pour les pesées de perte de masses enregistrées lors des essais d'usure abrasive et érosive	81
Tableau 4.1: Variation de la masse des échantillons borurés en fonction de la température et la durée de traitement	92
Tableau 4.2 : Valeurs des épaisseurs calculées selon l'équation 4.6, en fonction de la température et la durée de traitement	95
Tableau 4.3 : Valeurs des énergies d'activation trouvée dans ce travail et celles trouvées par d'autres chercheurs	98
Tableau 5.1 : Valeurs des microduretés obtenues dans les différentes zones de l'acier XC18 après boruration	99
Tableau 5.2 : Valeurs des microduretés obtenues dans les différentes zones de l'acier XC38 après boruration	100

INTRODUCTION

Les traitements de surfaces jouent un rôle essentiel dans l'amélioration de la tenue en service des pièces mécaniques. Ils contribuent également à l'économie de l'énergie et de matière, puisqu'ils permettent de concevoir des pièces plus légères et plus résistantes à des phénomènes tels que la corrosion, l'usure, la fatigue etc.

Ils concernent une vaste famille de procédés dont l'objectif est d'augmenter les performances mécaniques des pièces traitées.

Cette famille est caractérisée par des procédés traditionnels, comme la cémentation, la carbonituration, la nitruration et la boruration, qui font actuellement l'objet de nombreux développements consécutifs aux exigences de plus en plus sévères des concepteurs.

La maîtrise des traitements thermochimiques exige la connaissance de quelques données fondamentales :

- ❖ Comprendre les phénomènes mis en jeu afin de les gérer.
- ❖ Rendre possible la modélisation de ces phénomènes afin de développer des méthodes de contrôle de processus.

Parmi ces traitements, la boruration qui est un traitement thermochimique de surface, connu depuis 1895 d'après les travaux de Moisson, et utilisée dans les applications industrielles vers les années 70 dans plusieurs pays.

La boruration ou l'introduction des atomes de bore à la surface des matériaux traités pour former des couches borurées ayant de bonnes caractéristiques mécaniques et chimiques est l'un des traitements de surface qui ont fait l'objet de plusieurs chercheurs.

Ce traitement qui s'applique aussi bien aux alliages ferreux qu'aux alliages non ferreux à base de Ni, Ti, Co--- et aux cermets, confère aux aciers une dureté superficielle élevée qui se maintient à haute température, une bonne tenue à l'usure adhésive et abrasive, et une résistance accrue à l'attaque par les acides et les métaux fondus.

Malgré le nombre de travaux de recherche et d'articles publiés sur la boruration, très peu de travaux ont été consacrés à l'étude de la résistance à l'usure des couches borurées.

Le présent travail est une contribution aux travaux de recherche sur la caractérisation des couches borurées déjà entamée par plusieurs chercheurs.

Dans cette optique il est nécessaire de préciser les modes de durcissement, et cela en descendant jusqu'à l'échelle microscopique car c'est à ce niveau que peuvent s'expliquer certains mécanismes fondamentaux de durcissement, ainsi nous nous proposons d'étudier les points suivant :

➤ Elaboration des couches borurées sur un acier XC38 dans un milieu solide à partir d'une poudre préparée au laboratoire de recherche (Génie de Procédés) à l'université de Laghouat.

La poudre utilisée est constituée de 90% Sic- 5% NaBF₄-5% B₄C

➤ Etude de la résistance des couches borurées à l'usure par des essais mécaniques :

- 1) Essais d'usure abrasive
- 2) Essais d'usure érosive

CHAPITRE 1

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR L'USURE

1.1 Définition de l'usure

En terminologie, le terme usure signifie la détérioration d'une chose par suite de son utilisation, de son fonctionnement, de son affaiblissement ou altération de propriétés. En mécanique, ce même terme englobe tous les phénomènes de frottement entraînant une perte de cote, de forme ou de poids par l'action des deux surfaces en contact. Le plus souvent, l'usure est définie comme étant la perte progressive de matériau de la surface d'un corps suite à un mouvement relatif entre les surfaces en contact.

En fonction de la réaction des phases en contact, des interactions mécaniques des surfaces et l'importance des effets mécaniques, l'usure est divisée en deux principales catégories :

- L'usure due aux frottements entre corps solides.
- L'usure due aux impacts et aux fluides.

L'usure est un phénomène permanent car, tout au long de l'histoire des techniques, l'homme s'est toujours préoccupé d'augmenter, par un choix convenable des matériaux, la durée de vie des objets, des outils et dispositifs qu'il fabriquait. L'usure est généralement la principale cause de la mise hors service des objets et des machines.

L'exigence technologique des mécanismes de performances de plus en plus poussées a fait que l'étude des causes de la détérioration des pièces devienne une branche à priorité et à grande importance scientifique et technologique.

L'usure d'un mécanisme donné dépend de plusieurs paramètres. Parmi ces paramètres, on peut citer :

- ❖ La nature du contact entre les surfaces (mode de contact ponctuel, linéaire ou surfacique).
- ❖ La pression entre les deux surfaces.
- ❖ La vitesse relative entre les deux surfaces en contact.
- ❖ L'état des surfaces en contact (rugosité).
- ❖ La lubrification.
- ❖ Les conditions d'environnement (Température, Humidité, Corrosivité,...).

La classification de l'usure se fait généralement en fonction des paramètres suscités, et en particulier, en fonction de la nature de contact qui engendre le type de frottement, qui lui aussi joue un rôle déterminant dans la définition dans le mode d'usure.

L'observation des surfaces usées permet généralement de déterminer le ou les paramètres qui ont contribué à l'usure. La connaissance de ces renseignements est primordiale pour améliorer les conditions de fonctionnement au moindre coût.

Le présent chapitre rappelle et illustre les principaux types d'usure et les moyens utilisés pour combattre cette usure en s'appuyant sur les données et les informations collectées de la littérature.

1.2 Classification de l'usure

En ingénierie de surface et selon les principaux mécanismes qui sont à son origine, on divise l'usure, en :

- ❖ L'Usure Adhésive : qui est le résultat du frottement de glissement par adhérence (les plaquettes et les disques de frein s'usent par adhérence).
- ❖ L'Usure Abrasive : qui est le résultat du frottement de glissement par labourage ou par déformation plastique (l'usure à deux corps), ou celui de l'action de particules solides dures qui se retrouvent entre deux surfaces en mouvement relatif (l'usure à trois corps). La tête d'une foreuse use par abrasion à deux corps alors que le polissage par poudre à roder est de l'abrasion à trois corps.
- ❖ L'Usure Érosive : comme l'usure par abrasion à trois corps, mais le médium porteur des particules solides est un fluide, de l'air, de l'eau ou de l'huile.
- ❖ L'Usure par Fatigue : c'est le résultat du frottement de roulement ou du contact répété sur une même aspérité. Les roulements, les engrenages, les cames, les chaînes s'usent par fatigue.
- ❖ L'Usure par Fretting : c'est le résultat de l'action combinée des mécanismes d'adhérence et d'abrasion entre des pièces en mouvement relatif microscopique. Un roulement monté avec un serrage insuffisant sur son arbre ou dans son logement s'usera par fretting.

Dans les paragraphes suivants, nous allons décrire les principaux types d'usure et les mécanismes qui leurs sont associés.

1.2.1 L'usure adhésive

Lorsque deux surfaces sont placées en contact, elles ne se touchent qu'aux sommets de leurs aspérités. Il y a donc création d'un certain nombre de microcontacts ou jonctions superficielles et la surface réelle de contact est beaucoup plus faible que la surface géométrique définie. La force de frottement est la force nécessaire au cisaillement des jonctions superficielles.

L'usure par adhérence est associée à la formation de jonctions d'adhérence aux points de contact par les aspérités des surfaces. Une jonction de surface ne se cisillant pas à l'interface d'origine, mais à l'intérieur de l'un des deux matériaux conduit au transfert d'un fragment de matériau. Si, sous l'effet de frottement, ce fragment transféré se détache de la surface, il conduit à la formation d'une particule d'usure.

L'usure par adhérence est celle qui existe toujours en premier, même en l'absence d'abrasifs ou de produits d'usure. Elle se divise en deux classes :

- L'usure douce qui produit des débris petits, plats, minces et formés principalement d'oxydes. L'usure douce laisse les surfaces lisses et polies, augmente la capacité de charge. L'usure douce peut être considérée comme un processus normal de vieillissement des pièces.
- L'usure sévère caractérisée par des débris grossiers, anguleux, nombreux, formés d'un mélange d'oxydes et du matériau de base crée de la rugosité. L'usure sévère conduit éventuellement au grippage du mécanisme.

Le nombre de microcontacts créés entre les corps en contact dépend des propriétés superficielles des matériaux et des conditions de frottement. La résistance des joints d'adhérence est fonction de la nature physico-chimique des matériaux en contact.

Les étapes successives qui conduisent à la formation d'un fragment d'usure par adhérence sont :

- La déformation plastique des aspérités en contact ;
- La pénétration des films de surface ;
- La formation du joint d'adhérence entre les matériaux de base débarrassés de leurs films ;
- Le bris de l'aspérité dans le matériau de base et formation d'un fragment d'usure.

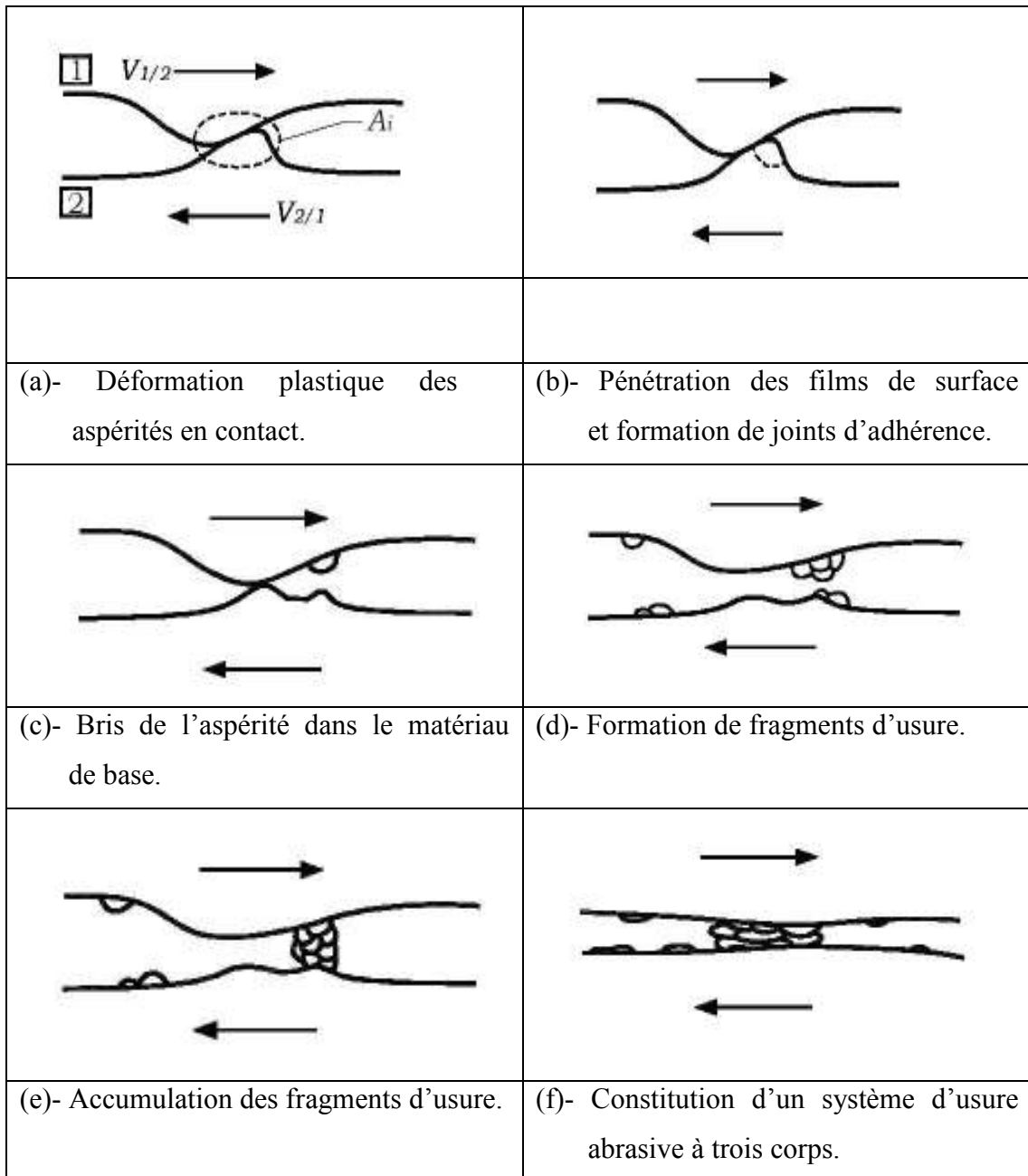


Figure 1.1 : Etapes successives du mécanisme d'usure par adhérence [1].

Le volume de fragments d'usure formé par adhérence V_a en mm^3 est évalué approximativement par la formule d'Archard :

$$V_a = k \frac{W}{H} L$$

où k est le coefficient d'usure par adhérence, W est la force normale en N, L est la distance glissée en m et H est la dureté du matériau le plus mou.

Ce mécanisme d'usure est commun aux métaux, aux céramiques et aux polymères. La valeur du coefficient k varie de 10^{-3} à 10^{-7} . Pour les métaux, k augmente régulièrement

avec la charge W et la distance L qui augmentent et la dureté H qui diminue. Pour les céramiques, le coefficient k est très petit jusqu'à une certaine charge critique W_{crit} au-delà de laquelle il diminue brusquement. Chez les polymères, l'usure se produit par transfert de film ; la rugosité et la dureté de la surface sur laquelle il frotte et l'adhérence du film à cette surface sont déterminants pour la valeur de k .

Les paramètres les plus influant sur l'usure par adhérence sont : l'état de surface des matériaux, leurs duretés respectives et la charge appliquée. Pour certaines combinaisons de paramètres, la densité de micro-contacts générée est telle qu'il se forme une véritable soudure froide conduisant au grippage. Les risques de grippage sont d'autant plus grands que la solidité des micro-jonctions est grande, c'est à dire que l'adhésion au niveau de l'interface entre les deux matériaux est grande.

La microstructure monophasée à gros grains résiste moins au grippage que les matériaux ayant des microstructures fines et polyphasées. L'état de surface du matériau et le milieu ambiant peuvent aussi influencer l'usure adhésive.

1.2.2 L'usure abrasive

L'usure abrasive se définit comme la perte progressive du matériau à sa surface par l'action mécanique d'une surface abrasive. La résistance à l'abrasion n'est pas une propriété intrinsèque d'un matériau car elle dépend des conditions de sollicitations et des caractéristiques du milieu.

Selon l'analyse la plus courante des phénomènes d'abrasion, on distingue deux configurations principales :

- ❖ L'abrasion à deux corps où le contact se fait entre deux surfaces de rugosité différente ou encore entre une surface libre et une autre surface contenant des particules abrasives fixées (Figure 1.2-a).
- ❖ L'abrasion à trois corps où les particules abrasives peuvent rouler plus ou moins librement entre les deux surfaces en contact (Figure 1.2-b).

L'usure par abrasion est très fréquente et c'est elle qui cause le maximum de dégâts de tous les types connus d'usure. L'usure par abrasion peut se quantifier avec la même formule utilisée pour la quantification de l'usure adhésive, dans laquelle le coefficient k varie de 10^{-2} à 10^{-3} pour l'abrasion à deux corps et de 10^{-3} à 10^{-4} pour l'abrasion à trois corps.

La figure 1.2 illustre le principe du mécanisme de l'usure par abrasion. Dans l'abrasion à deux corps, la particule abrasive est attachée à une des deux surfaces en contact; dans l'usure à trois corps, la particule abrasive peut rouler plus ou moins librement entre les deux surfaces. C'est ce qui explique la différence entre les valeurs des coefficients k . Mais dans tous les cas, pour que l'usure par abrasion se produise, il faut qu'une des deux surfaces ou que la particule abrasive soit de 15 à 20 pour cent plus dure que l'autre.

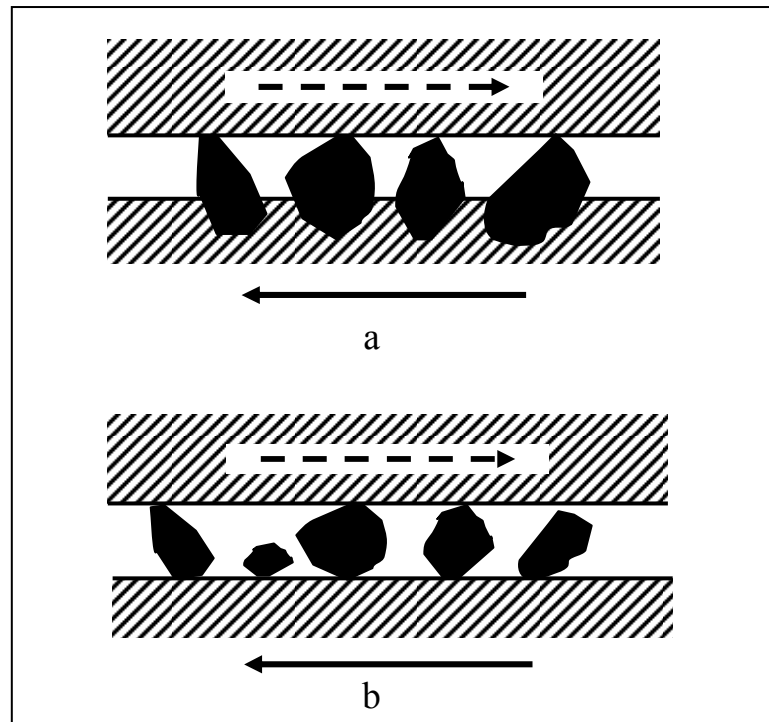


Figure 1.2 : Mécanismes d'usure par abrasion [7].

- a- à deux corps
- b- à trois corps

Le mécanisme des grains abrasifs se fait par déformation plastique puis par coupe. Selon le cas, et en fonction de plusieurs paramètres, en particulier la forme et la taille des grains et la pression exercée, les effets de coupe et de déformation de matériaux en surface régissent le mode et le taux d'usure par abrasion.

Un matériaux abrasif doit conserver le plus longtemps possible sa forme et sa dureté pour maintenir un taux d'usure constant pendant un long usage.

Lors d'un polissage mécanique, l'abrasion à l'aide des poudres très fines, principalement de diamant, permet l'obtention des surfaces métalliques lisses et brillantes.

Le tableau 1.1 donne la dureté des particules les plus communément utilisées comme abrasifs.

Tableau 1.1 : Matériaux utilisés comme particules abrasives [3].

Matériau	Composition	Dureté HV
Diamant	C	8000
Carbure de bore	B ₄ C	2750
Carborundum	SiC	2500
Carbure de Titane	TiC	2450
Corundum	Al ₂ O ₃	2100
Carbure de Zirconium	ZrC	2100
Carbure de Tungstène	WC	1900
Garnet	Al ₂ O ₃ .3FeO. 3SiO ₂	1350
Zircone	ZrO ₂	1150
Quartz, Silice, Sable	SiO ₂	800
Verre	Silicate	500

L'élément le plus commun dans la poussière atmosphérique est le sable (SiO₂) dont la dureté est de 800 à 900 HV. Or, les aciers courants les plus durs sont les aciers à roulement et à outil dont la dureté varie de 700 à 800 HV, ce qui rend l'usure par abrasion très possible. C'est pourquoi on dit qu'elle est très fréquente. Les oxydes d'aluminium, aussi souvent présents dans les machines ont de leur côté une dureté de l'ordre de 2100 HV, ce qui les rend très abrasives vis-à-vis beaucoup de matériaux.

A cause de leur grande dureté, les céramiques sont résistantes à l'usure abrasive, mais toujours jusqu'à une charge critique. Au-delà de cette charge, elles se brisent par écaillage et produisent des surfaces très rugueuses qui se détériorent alors rapidement. Les polymères sont très sensibles à l'abrasion à cause de leur faible dureté.

1.2.3 L'usure érosive

Comme l'usure abrasive, l'usure érosive enlève du matériau de la surface par déformation plastique, labourage et micro-usinage. Mais dans le cas de l'érosion, puisque la particule abrasive est transportée par un fluide, des paramètres supplémentaires sont nécessaires pour la quantification du taux d'usure.

Les paramètres supplémentaires sont : l'angularité de la particule, sa vitesse initiale V_{1-2} par rapport à la surface, sa masse m , son angle d'incidence θ et son spin ω .

La figure 1.3 représente les principaux mécanismes de l'usure érosive par des particules solides.

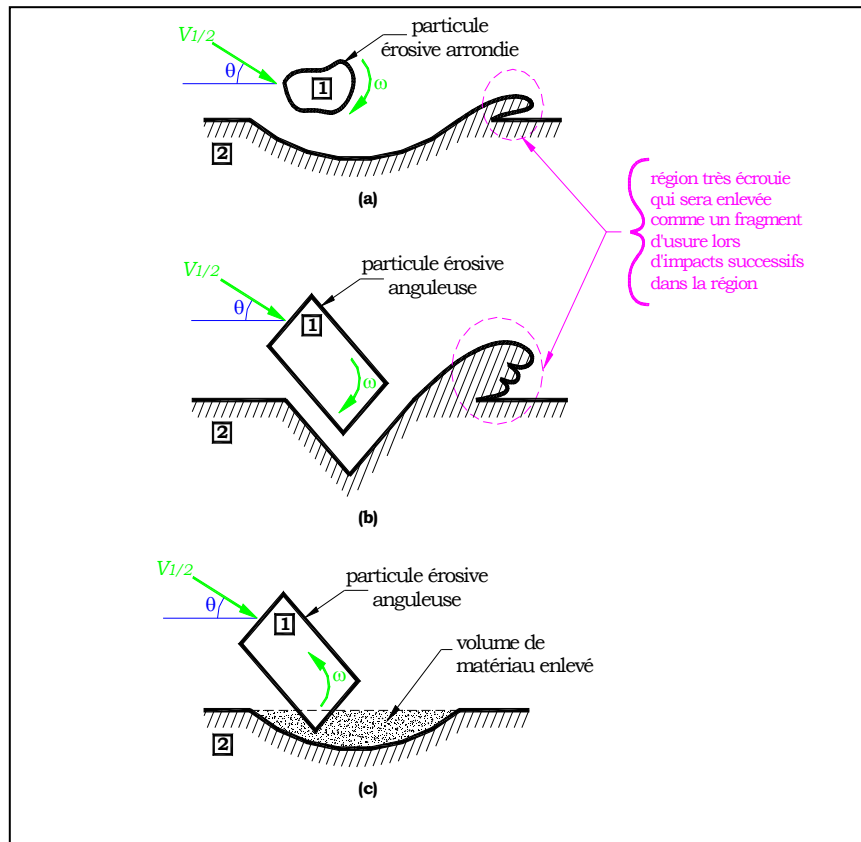


Figure 1.3 : Mécanismes d'usure par érosion [1].

En supposant que les particules abrasives ne se déforment pas, que la dureté H de la surface ne change pas au cours du contact et que les particules n'ont pas d'interaction entre elles, on peut écrire :

$$E = \frac{K \rho V_{1-2}^2}{H} f(\theta)$$

Où :

E est le rapport de la masse du matériau enlevé de la surface sur la masse totale des particules qui ont frappé la surface

K est un coefficient d'usure,

ρ est la densité massique du matériau enlevé,

V_{1-2} est la vitesse des particules par rapport à la surface érodée,

H est la dureté de la surface et

θ est l'angle d'incidence des particules par rapport à la surface.

L'équation précédente est très imparfaite et ne sert en fait qu'à établir une équation équivalente à l'équation de Archard pour l'usure par adhérence et l'usure abrasive. Les valeurs du coefficient K varient de 10^{-1} à 10^{-3} typiquement.

1.2.4 L'usure par fatigue

La fatigue des surfaces est essentiellement introduite par le frottement de roulement ou de glissement sous fortes charges répétées, entraînant des contraintes de traction superficielles ou des contraintes hertziennes, conduisant à des micro déformations plastiques et à des ruptures localisées par fatigue.

L'usure par fatigue est le phénomène qui résulte de la formation et de la propagation des fissures sous l'action répétée d'efforts alternés. En fonction des conditions de lubrification et de la micro géométrie des surfaces en contact, Selon la valeur du coefficient de frottement, on sait que les efforts dans les solides sont localisés soit à la surface ou sous la surface des solides en contact.

- ❖ Dans le premier cas, la fissure se forme à la surface (figure 1.4-a) ; en se propageant, cette fissure se déplace d'abord vers l'intérieur du solide puis revient vers la surface pour former un fragment d'usure.
- ❖ Dans le second cas, la fissure origine sous la surface (figure 1.4-b). En se déplaçant vers la surface, cette fissure forme aussi un fragment d'usure.

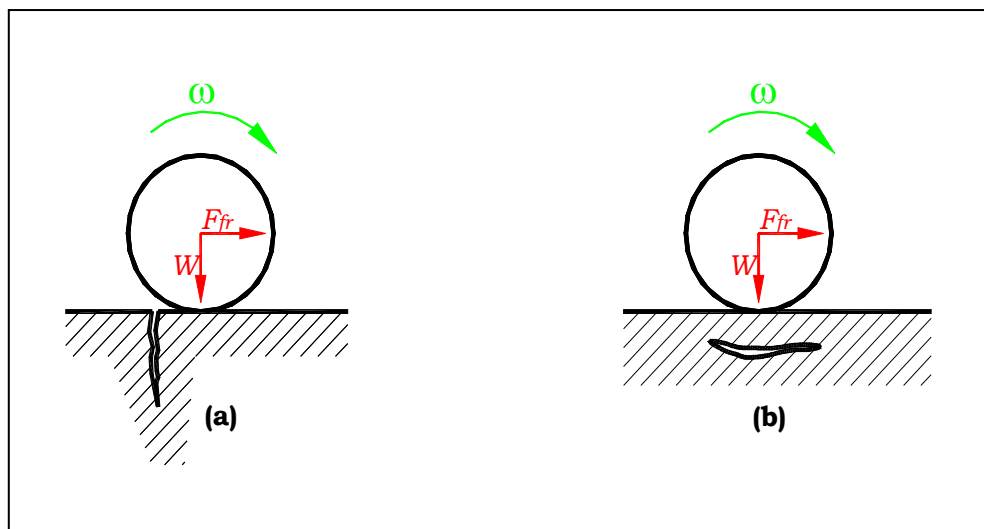


Figure 1.4 : Mécanismes d'usure par fatigue.

- a- Fissuration à la surface.
- b- Fissuration sous la surface.

Tous les matériaux d'ingénierie sont soumis au phénomène de l'usure par fatigue et il n'y a pas de formule de calcul de l'usure par fatigue de la forme de l'équation de Archard.

1.2.5 Usure par fretting

L'usure par fretting est un mécanisme d'usure qui se produit entre des surfaces qui ne devraient pas normalement être en mouvement relatif mais qui, en fait, ont un déplacement oscillant microscopique. L'amplitude du déplacement est de l'ordre de 1 à 100 microns, donc pratiquement imperceptible à l'œil nu.

Ces déplacements sont induits par des vibrations dans la machine ou par l'environnement.

La figure 1.5 illustre le phénomène du fretting avec un exemple simple d'une aspérité sphérique en contact avec un plan.

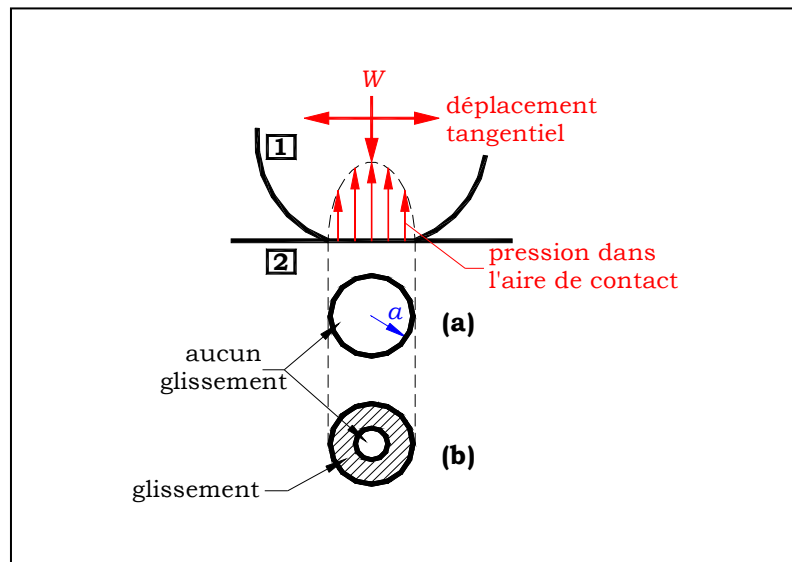


Figure 1.5 : Mécanisme d'usure par fretting [1].

a- sans glissement.

b- avec glissement.

D'après la figure 1.5, la pression sur l'aire de contact est maximum au centre et est égale à zéro sur le pourtour. En absence de force tangentielle, il n'y a aucun glissement entre l'aspérité et le plan sur toute l'aire de contact de rayon a . L'apparition d'une petite force tangentielle entraîne un micro-glissement sur une partie de l'aire de contact (Figure 1.5-b). Cette petite force est causée par des vibrations dans la machine. Les mêmes vibrations peuvent aussi agir dans le plan normal, amenant alors un décollement dans l'aire de contact. Le micro-glissement ou le décollement, répétés un grand nombre de fois,

finissent par briser le film d'oxyde qui se détache des surfaces et forme un fragment d'usure par le mécanisme d'adhérence.

Comme il n'y a pas de mouvement relatif macroscopique dans le contact, les fragments d'usure restent sur place et l'usure continue à se produire par deux mécanismes : l'adhérence et l'abrasion.

Ainsi, sans qu'il y ait eu de mouvement macroscopique entre l'aspérité et le plan, il y a eu arrachement de matériel à la surface, donc de l'usure. Ce phénomène se produisant sur plusieurs aspérités, il apparaît un grand nombre de micro-cratères sur la surface, ce qui constitue un enlèvement important de matériau.

Donc, en conclusion, on peut dire que l'usure est un phénomène naturel inévitable qui se produit lors de l'interaction de corps solides en mouvement relatif. L'usure nécessite l'action d'une force pour faire un travail sur la surface. Le travail de cette force sert à créer une surface nouvelle ou à induire une déformation plastique sur la surface; à cause de cela, l'usure est aussi un phénomène dissipatif.

1.2.6 Autres types d'usure

En plus des cinq principaux types d'usure sus-cité, d'autres modes sont rencontrés comme résultats à des phénomènes de contact combinés ou suite à des conditions de chargement des surfaces en contact, ou encore en fonction de l'environnement.

1.2.6.1 L'usure corrosive

Ce type d'usure est du à une réaction des surfaces frottantes avec une ambiance corrosive qui crée un produit de réaction qui va être évacué ultérieurement par le frottement. Dans certains cas, le produit de réaction peut avoir une meilleure résistance mécanique que le substrat et favorise la tenue à l'usure.

Dans un premier stade les surfaces sont attaquées chimiquement par des agents corrosifs contenus dans l'ambiance ou formés dans le lubrifiant par altération. Généralement la vitesse d'attaque, rapide au premier stade tend à diminuer avec la formation d'un film plus ou moins protecteur.

Dans le deuxième stade, il y a enlèvement des produits de réaction par frottement et l'attaque se poursuit.

Le meilleur moyen pour lutter contre ce type d'usure est généralement l'utilisation d'un lubrifiant avec les additifs appropriés, tels que les additifs anti-oxydants et les additifs anti-corrosion.

1.2.6.2 L'usure par cavitation

La cavitation exige un mouvement relatif entre un solide et un fluide. Elle concerne en premier les organes pour fluides, pompes, hélices de bateaux ... mais aussi certains mécanismes lubrifiés tels que coussinets de moteurs ou engrenages, par exemple.

Des trous, à peu près hémisphériques, apparaissent hors de la zone frottante ou à sa limite, puis l'ensemble de la surface est rongé. La destruction, souvent catastrophique, est très rapide et très bruyante. C'est la cavitation que l'on entend lorsque l'eau « chante » dans une bouilloire.

Quand la pression du fluide descend localement au dessous d'une valeur critique (pas forcément sa tension de vapeur), des bulles se forment soudain dans les endroits spécifiques (gaz dissous, microbulles, impuretés, rayures ...). Quand la pression remonte, les bulles implosent, et la brutale condensation de la vapeur projette les molécules du liquide sur les parois, créant une onde de choc.

Des recherches ont montré que les pressions atteignent plusieurs milliers de bars. Les effets sont surtout mécaniques et les chocs successifs fatiguent les surfaces, surtout en présence de défauts. Les trous sont autant d'amorces et se creusent davantage.

1.3 Les facteurs de l'usure

Les facteurs de l'usure sont des paramètres dont le choix définit les conditions initiales de l'expérimentation et de l'utilisation. Parmi ces facteurs, on peut citer : le mode de contact, l'état de surface, la charge, la vitesse relative entre les surfaces en contact, l'ambiance et la nature des matériaux.

1.3.1 Le mode de contact

Le mode de contact entre les surfaces en mouvement est un facteur d'une grande influence sur le rôle que les pièces jouent tout au long de la durée d'utilisation d'un mécanisme. Ce facteur est lié directement à la forme géométrique des pièces. En fonction de cette forme géométrique on peut classer les modes de contact en :

- ❑ Contact ponctuel (exemple : Sphère sur plan) (Figure 1.6-a)
- ❑ Contacts linéaire (exemple: Cylindre mâle dans un cylindre femelle ou cylindre sur plan) (Figure 1.6-b).
- ❑ Contact surfacique (exemple : plan sur plan) (Figure 1.6-c)

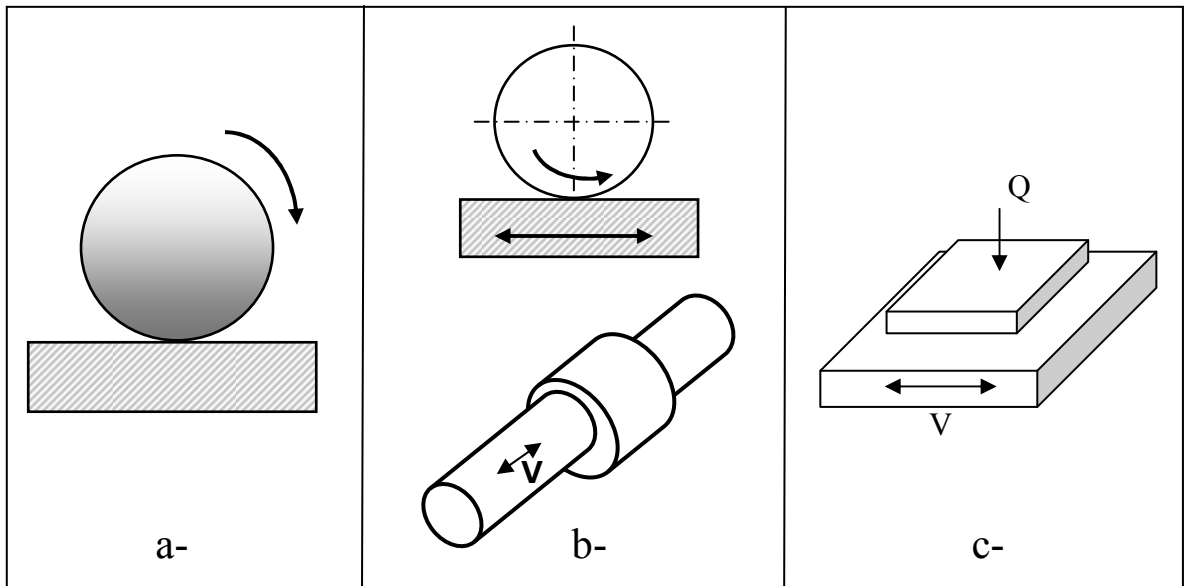


Figure 1.6 : Exemples de modes de contact entre corps solides.

1.3.2 L'état de surface

Pendant la fabrication d'une pièce, quelle que soit la technique de fabrication, la surface subit des perturbations qui se manifestent par des changements dans ses propriétés.

L'état de surface de la pièce influence considérablement les propriétés mécaniques tels que la résistance à la fatigue, la résistance à la corrosion, les comportements en frottement, la résistance à l'usure,....

Certaines caractéristiques géométriques et mécaniques sont particulièrement intéressantes en génie mécanique parce qu'elles permettent de déterminer le comportement mécanique des pièces en service, tels que les conditions de frottement et de lubrification, l'adhérence du revêtement, les conditions d'un ajustement,.....

La rugosité d'une surface dure a une grande influence sur le taux d'usure. Dans l'usure adhésive par exemple, des aspérités initiales peuvent conduire à un endommagement sévère, ou peuvent être réduites graduellement à un niveau d'équilibre dit "run-in" (rodage) [4].

Il est évident que les surfaces très lisses peuvent devenir rugueuses en service jusqu'à ce qu'elles atteignent une rugosité similaire au "run-in" [5].

1.3.3 La charge appliquée

Puisque que la surface réelle de contact, pour n'importe quel configuration, est toujours inférieure à la surface apparente, la charge appliquée sur la surface est donc de loin inférieure à la charge aux niveaux des aspérités.

L'augmentation de la charge à la surface conduit toujours à l'accroissement du taux d'usure. Ce facteur permet d'évaluer la nature et le niveau des contraintes, souvent tri axiales, aux quelles les couches superficielles des pièces seront soumises.

Dans la littérature, la charge est pratiquement définie par la pression de contact au delà de laquelle les déformations sont telles que le composant ne peut assurer sa fonction limite, qui se situe aux environs du tiers de la dureté en pression moyenne, du sixième en scission si l'on applique le critère de Tresca [4].

La perte de masse dans une surface active est une fonction linéaire avec la charge dans le cas de l'usure abrasive.

1.3.4 La vitesse relative entre les surfaces en contact

Selon le cas, cette vitesse peut être une vitesse de glissement, de roulement ou de pivotement. Dans le cas du glissement sans lubrification, la vitesse de glissement influe directement sur la température superficielle des pièces en contact, alors qu'en présence d'un lubrifiant, elle présente un facteur important dans l'établissement du régime hydrodynamique.

Le changement de la vitesse de glissement peut considérablement changer le taux d'usure, mais il n'y a pas de relation générale entre la vitesse et le taux d'usure. Une augmentation de la vitesse peut conduire à un accroissement ou à un décroissement de l'usure dépendant des températures des surfaces en contact.

La vitesse de glissement peut être très faible, comme dans le cas des déplacement sous l'effet de dilatation, ou assez importante et peut atteindre plusieurs centaines de mètres par seconde, comme dans le cas de déplacement de projectiles se sur leur guide.

A titre d'exemple, dans le cas de L'usure adhésive, la température maximale atteinte est celle du métal ayant le plus bas point de fusion [6].

Dans le cas de l'usure abrasive, la perte de masse enregistrée sur les surfaces en contact augmente légèrement avec la vitesse de glissement. Et pour l'usure par érosion, elle augmente lorsque la vitesse des particules croit. On peut expliquer cela par l'augmentation de L'énergie cinétique et par une fragmentation des particules qui peut ajouter une érosion secondaire.

1.3.5 L'ambiance

La perte de masse d'une pièce frottante dépend du nombre de jonctions métalliques et de leur taille. Le milieu ambiant tend à accélérer le phénomène ou à le ralentir suivant qu'il favorise ou défavorise l'existence de jonction métal-métal et le transfert qui en suit.

Dans le vide et à haute température, certains métaux tels que le zirconium, les aciers inoxydables ou le titane se soudent dès le début de glissement, même sous faible charge.

Certains gaz comme l'oxygène réagissent avec les surfaces métalliques en formant des films résistant à l'usure.

Donc, le comportement en usure d'un matériau donné peut être complètement différent en fonction du milieu ambiant considéré.

1.3.6 Le frottement

Quand un mouvement relatif existe entre deux solides ou entre un solide et un fluide, une force de frottement apparaît inévitablement à la frontière de contact. Si le mouvement relatif a lieu entre deux solides qui glissent l'un sur l'autre, on parle de frottement de glissement.

En absence de l'ajout intentionnel d'un médium solide, pâteux ou liquide à la frontière de contact, on parle de frottement de glissement sec, par opposition au frottement de glissement lubrifié quand l'interface est constituée d'un lubrifiant.

Si les deux solides roulent l'un sur à l'autre, on parle alors de frottement de roulement, qui constitue un cas particulier du frottement de glissement. Le frottement de roulement peut aussi être sec ou lubrifié.

Lorsque le mouvement relatif se produit entre un solide et un fluide, on parle de frottement visqueux ou aérodynamique. Deux exemples de ces types de frottement sont fournis par une coque de navire en mouvement dans l'eau (frottement visqueux) ou une carrosserie d'automobile en déplacement dans l'air (frottement aérodynamique).

Dans ce paragraphe, nous allons parler uniquement du frottement de glissement et du frottement de roulement.

1.3.6.1 Frottement de glissement

Le frottement de glissement se produit entre deux solides qui sont en contact directement par l'intermédiaire de deux surfaces parallèles. Les premières études documentées du frottement remontent à Leonardo da Vinci, à qui l'on doit l'expression du coefficient de frottement f_g défini comme :

$$f_g = \frac{F_{fg}}{W}$$

Où F_{fg} est la force totale de frottement de glissement, W est la force qui presse les deux solides l'un sur l'autre et f_g est la constante de proportionnalité que l'on nomme le coefficient de frottement.

Lors de son étude, Léonard de Vinci trouva aussi que la force de frottement F_{fg} est indépendante de l'aire de contact; il en a fit la seconde loi du frottement.

À son époque, de Vinci n'avait pas la technologie pour connaître la topographie des surfaces comme aujourd'hui. Maintenant on sait que les surfaces en ingénieries, même si elles ont une apparence lisse, sont une succession d'aspérités disposées sur une ondulation.

Lorsque mise en contact, les surfaces se touchent d'abord que par le sommet des rugosités qui sont sur la crête des ondulations. Ceci donne lieu à un certain nombre de petits points de contact.

Lorsque la force pressante W augmente, les aspérités fluent et s'étendent jusqu'à ce l'aire réelle de contact, multipliée par une certaine résistance de pénétration en compression du matériau le plus mou, équilibre la force W .

La résistance en compression de la surface est appelée la dureté. Le comportement des deux solides aux points de contact est alors déterminé par leur dureté H et on peut écrire :

$$H = \frac{W}{A_r}$$

où H est la dureté du solide le plus mou de la paire et A_r est l'aire réelle de contact entre les deux surfaces.

Dans tous les cas, le frottement de glissement peut être considéré comme la somme de trois différentes composante :

- Force de frottement due à l'adhérence
- Force de frottement due à la déformation plastique
- Force de frottement due au labourage

On peut représenter la force totale de frottement de glissement F_{fg} par l'expression suivante :

$$F_{fg} = \alpha_a F_{fa} + \alpha_l F_{fl} + \alpha_d F_{fd}, \quad \alpha_a + \alpha_l + \alpha_d = 1,0$$

α_a, α_l et α_d représentent les proportions des n aspérités qui forment l'aire de contact A_r qui sont respectivement soit en contact d'adhérence, soit qui causent du labourage et ou de la déformation plastique

La figure 1.7 schématise les trois composantes de force de frottement qui constituent la force de frottement de glissement totale.

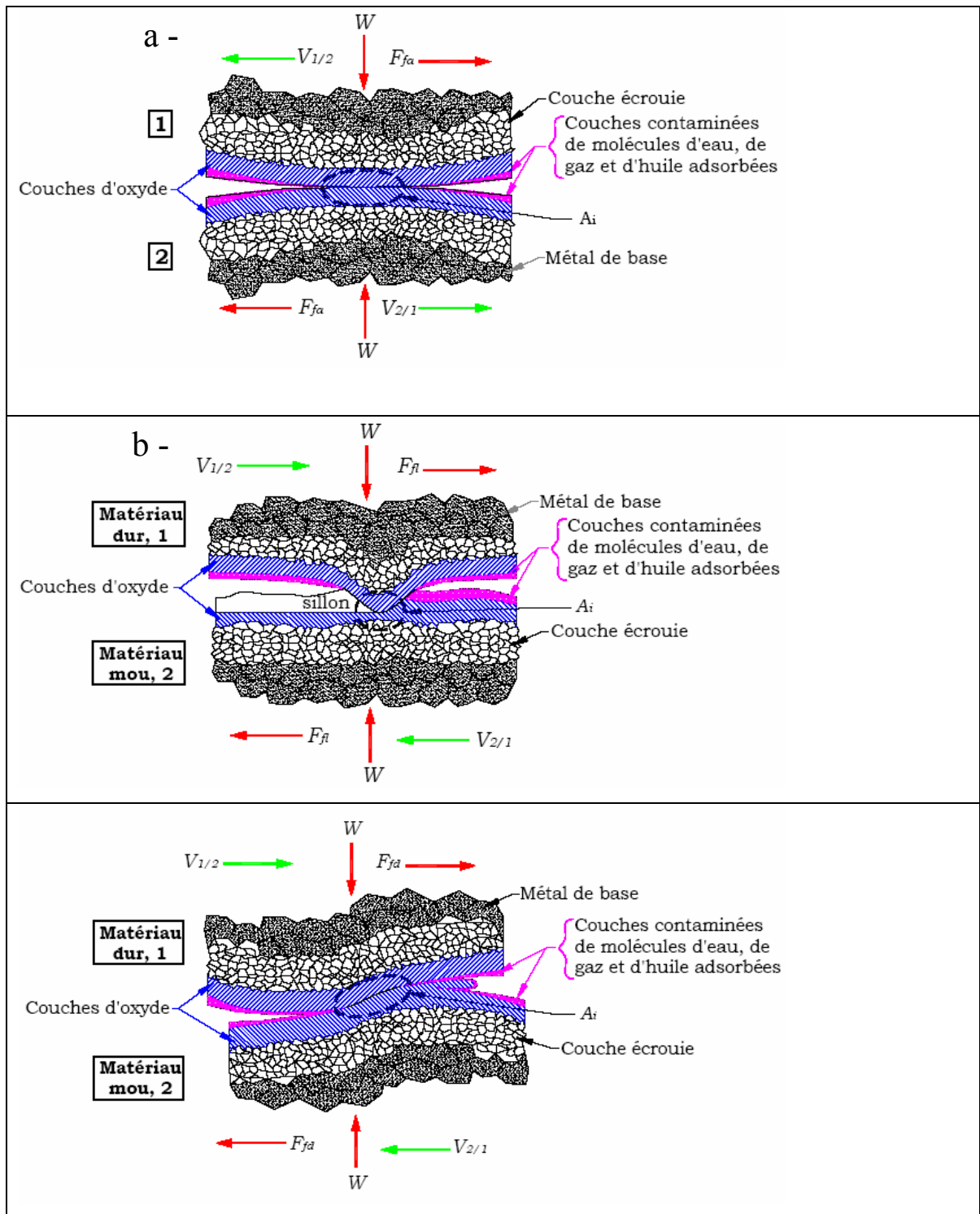


Figure 1.7 : Schématisation des trois composantes qui constituent la force de frottement de glissement totale [1].

a- Force de frottement d'adhérence.

b- Force de frottement de labourage.

c- Force de frottement de déformation plastique.

1.3.6.2 Frottement de roulement

Le roulement est, par définition, le mouvement relatif entre deux solides dont les vitesses de surface au point de contact sont identiques en intensité et en direction. Ceci est possible pour le contact d'un solide sphérique ou cylindrique rigide avec un plan rigide. Le contact entre les deux surfaces se fait par un point ou une ligne.

En réalité, dans le cas de la sphère, ni la sphère ni le plan ne sont rigides ; l'un et l'autre se déforment et le contact se produit sur une aire de forme circulaire de rayon a (figure 1.8). Dans la figure 1.8, l'aire de contact est montrée sous la forme d'un cercle déformé. Quoique cette forme soit plus près de la réalité, il est plus facile, d'utiliser la forme du cercle de rayon a .

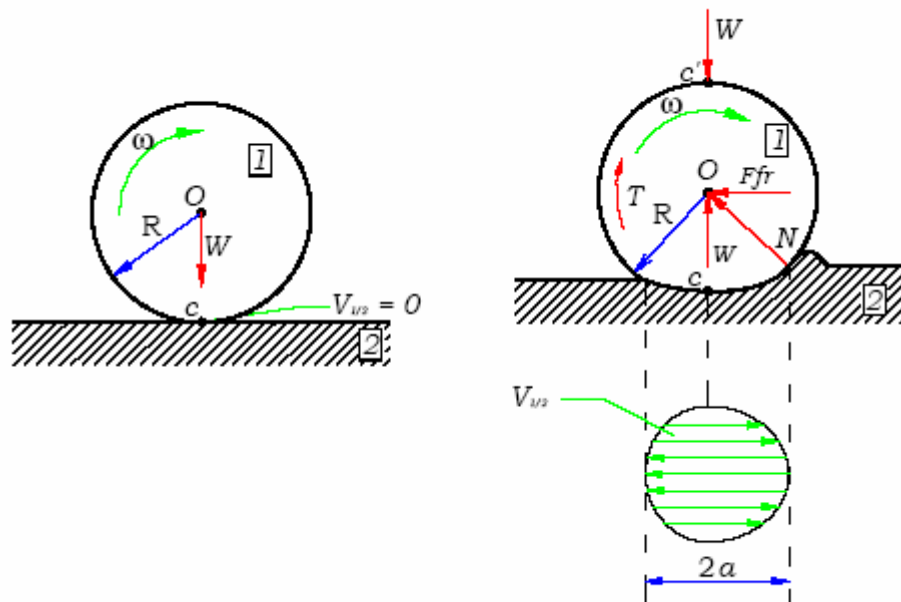


Figure 1.8 : Frottement de roulement [1].

Dans ce cas, le roulement pur n'existe qu'en un point, le point c , et partout ailleurs dans le contact, il y a du micro-glissement. En plus, le rayon a étant petit, les déformations dans le plan sont importantes. Il se forme alors un bourrelet à l'avant de la sphère ; la récupération de la déformation à l'arrière n'est pas totalement élastique et il y a une perte d'énergie par hystérésis. Ce sont là les deux principales composantes du frottement de roulement.

À cause de ces deux effets, la réaction N entre le plan et la sphère se trouve déplacée vers l'avant, dans la direction du mouvement, figure 3.x-b. Pour maintenir la

sphère en mouvement continu, il faut appliquer une force F_{fr} qui est la force de frottement de roulement. L'équation d'équilibre sur la sphère dans la figure 3.x-b permet d'écrire :

$$F_{fr} = \frac{a}{r} W$$

On remarque que la force de frottement F_{fr} est inversement proportionnelle au rayon r de la sphère. La dimension a est fonction de la géométrie des solides en contact et de leurs modules de Young respectifs.

1.3.7 La nature de matériau

La nature d'un matériau a une grande influence sur le comportement en usure, surtout au niveau de la surface. En effet, les matériaux qui subissent des traitements de surface disposent de propriétés meilleures que celles des mêmes matériaux mis en œuvre sous forme massive.

Les principaux facteurs liés à un matériau sont :

- ❑ Sa composition chimique,
- ❑ Sa structure métallurgique,
- ❑ Ses propriétés mécaniques,
- ❑ L'état de contrainte de sa couche superficielle,....

En réalité, les problèmes d'usure mettent en jeu les surfaces des matériaux, et plus précisément, les interfaces et les couches superficielles des corps en contact. Donc, toute modification ou amélioration des propriétés spécifiques des couches superficielles peut augmenter considérablement la résistance à l'usure.

La résistance à l'usure est, d'une manière générale, une fonction qui croit avec l'augmentation de la dureté, c'est pourquoi la majeure partie des traitements de durcissement superficiel conduit à une amélioration de la tenue en conditions d'usure pour les matériaux traités.

1.4 Les moyens pour lutter contre l'usure

La lutte contre l'usure nécessite la bonne connaissance du type d'usure, des conditions et des paramètres liés à cette usure pour pouvoir choisir le moyen le plus convenable d'intervention.

La meilleure solution pour résoudre les problèmes d'usure, quel que soit le type et les conditions de cette usure, est d'avoir une surface qui est à la fois très dure et résiste bien à l'action de l'usure abrasive, et tenace pour résister aux chocs et aux vibrations qui peuvent provoquer des fissures à la surface ou sous la surface et qui conduisent à la formation de fragments d'usure par écaillage.

Le moyen le plus efficace pour réaliser de telles propriétés aux surfaces est l'application d'un traitement superficiel qui peut conférer à la surface le durcissement et la ténacité nécessaires pour résister à l'usure.

Dans le paragraphe suivant nous allons exposer et décrire brièvement les principaux traitements de surface appliqués aux différents matériaux pour l'amélioration de leurs résistance à l'usure.

En fonction du procédé responsable du durcissement de la surface traitée, on peut distinguer trois grandes familles de traitement de surface qui sont :

- ❑ Revêtements (dépôts)
- ❑ Traitements par transformation structurale
- ❑ Traitements thermochimiques ou de diffusion

1.4.1 Les dépôts ou les revêtements

Le nom de ce procédé provient du fait que les matériaux résistants à l'usure sont déposés uniquement à la surface et qu'il n'y a ni réaction avec le substrat, ni diffusion à travers la surface.

Le dépôt réalisé sur les surfaces peut être, un métal, une céramique ou un polymère et il peut être appliqué pour toutes les surfaces. Toutefois, il faut signaler que ce type de traitement représente un inconvénient avec la présence d'une interface de séparation entre le matériau de base et le dépôt réalisé.

Pour assurer une bonne adhérence entre la couche déposée et le substrat, les surfaces à traiter doivent subir des traitements spécifiques (décapage, nettoyage, sablage,.....).

En fonction des moyens utilisés pour réaliser les dépôts, ce procédé peut être divisé en deux grandes catégories :

- ❑ Les dépôts par voie humide.
- ❑ Les dépôts par voie sèche.

a – Les dépôts par voie humide

Le dépôt d'un revêtement donné sur une surface donnée dans un milieu liquide peut se faire avec ou sans électrolyse.

Les dépôts sans électrolyse se font sur la base d'un principe qui suppose l'instauration d'une différence de potentiel (d.d.p.) entre les ions du métal à déposer dans une solution aqueuse et la pièce plongée dans la solution. Donc, pour qu'un métal donné se dépose sur une surface, il faut que la d.d.p. de la surface soit inférieur à la d.d.p. des ions en solution, ce qui limite l'application de ce procédé à une catégorie très limitée.

L'application d'une d.d.p. externe peut activer le processus pour pouvoir déposer n'importe quel métal et augmenter le rendement du dépôt. Les principaux procédés appartenant à la catégorie revêtements et dépôts par voie humide sont :

- ❑ Dépôts électrolytiques : le plus souvent effectués dans des électrolytes contenant les métaux à déposer sous forme d'ions qui seront acheminés vers la surface par l'imposition d'un courant. Les principaux traitements de ce procédé sont : le Chromage, le Nickelage, le Cuivrage,....
- ❑ Dépôts chimiques comme le premier procédé, sauf dans ce cas aucun courant externe n'est imposé.
- ❑ Dépôts par immersion dans des métaux fondus ce procédé s'effectue à des températures relativement élevées qui correspondent aux températures de fusion des métaux à déposer. Les métaux les plus déposés par cette méthode sont : l'aluminium, le zinc, l'étain,....
- ❑ Peintures industrielles ce procédé concerne toutes les opérations de couverture des surfaces par des produits organiques (Vernissage, PE,....).

b – Les dépôts par voie sèche

Contrairement aux revêtements réalisés par voie humide, les revêtements réalisés par voie sèche s'effectuent en l'absence de milieu liquide. Cette catégorie regroupe des techniques basées sur des principes très simples tel que le rechargement par soudure, et des techniques basées sur des principes technologiques très avancés tels que la projection thermique par torche plasma, P.V.D., C.V.D.,....

Les principaux procédés de revêtements et dépôts par voie sèche sont :

- ❑ Placage.
- ❑ Projection thermique (Métaux, Céramiques, Polymères,...).
- ❑ Rechargement par soudure (Métaux Alliages,...).

- Dépôts chimiques en phase vapeur (CVD) TiC, TiN, TiB, WC,...
- Dépôts physiques en phase vapeur (PVD) TiC, TiN, TiB, WC,...

1.4.2 Les traitements par transformation structurale

Le principe de ce procédé consiste à porter des modifications structurales aux surfaces exposées à l'usure. Ces modifications de la structure sont obtenues, soit par déformation plastique et introduction de contraintes internes en surface, soit par des traitements thermiques qui n'affectent pas la composition chimique du matériau, mais qui change complètement la structure et la distribution des phases et des contraintes dans les couches superficielles.

a – Les traitements mécaniques des surfaces

Dans ce procédé, des déformations plastiques sont appliquées aux surfaces des pièces pour introduire des contraintes résiduelles compressives bénéfiques. Ces déformations plastiques conduisent à la suppression des fissures à la surface et à l'augmentation de la résistance à la fatigue des pièces fonctionnant sous les charges cycliques.

La déformation plastique est obtenue par différentes techniques, et en fonction de ces techniques, on peut rencontrer plusieurs procédés qui ont des appellations ayant une relation directe avec la technique utilisée. Parmi ces procédés on peut citer, l'érouissage, le grenailage, le galetage, le martelage,....

b – Les traitements thermiques des surfaces

Le principe de durcissement structural par traitements thermiques consiste à chauffer superficiellement les pièces à traiter à une température d'austénitisation et d'effectuer un refroidissement très rapide pour obtenir une structure martensitique à la surface.

Pour ce faire, il est indispensable d'avoir des moyens qui permettent d'assurer un chauffage rapide à un temps très court pour éviter que la température de la surface atteint l'intérieur de la pièce par conduction, et un refroidissement rapide avant que la surface ne refroidi.

Le chauffage rapide de la surface est assuré, dans la plupart des cas, par une source d'énergie qui peut d'atteindre des température très élevées (~ 3500 ° C), ce qui permet de

réaliser la transformation d'austénitisation à la surface en un temps très réduit. Parmi les sources d'énergie les plus utilisées, on peut citer :

- ❑ L'énergie calorifique obtenue suite à une réaction de combustion chimique (chalumeau : combustion = oxygène-acétylène).
- ❑ L'énergie inductive obtenue par l'application de champs magnétiques très intenses à la surface traitée.
- ❑ L'énergie obtenue par un faisceau laser.
- ❑ L'énergie cinétique d'un faisceau d'électrons.

Les principaux procédés de traitements de surfaces par transformations structurales sont présentés dans la figure 1.9.

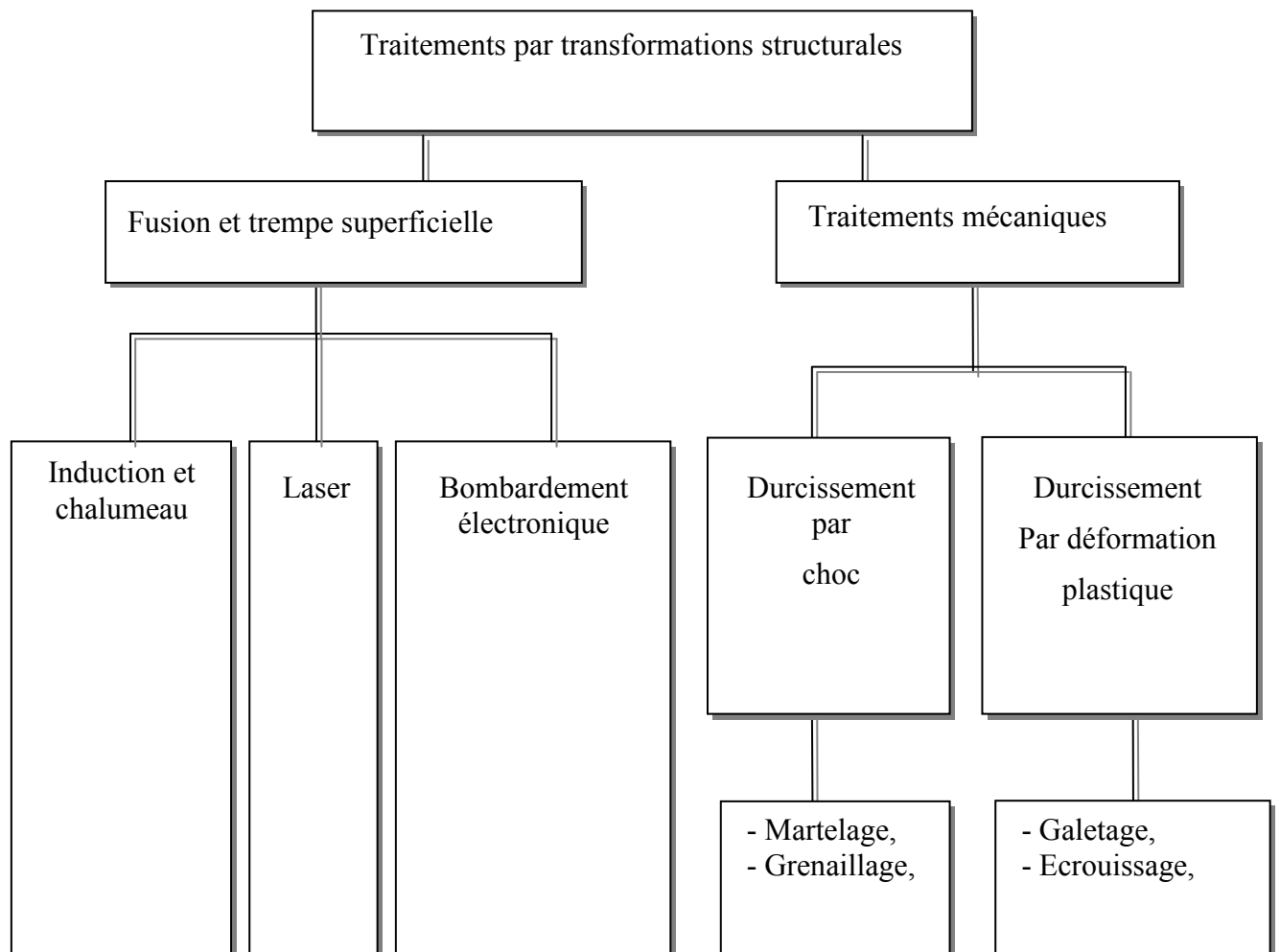


Figure 1.9 : Procédés de traitements mécaniques et thermiques de surface.

1.4.3 Les traitements de diffusion

Ces traitements sont aussi connus sous le nom de traitements thermo-chimique. Le principe de ces traitements consiste à introduire un ou plusieurs éléments métallique ou non à la surface traitée pour changer la composition chimique et les propriétés de cette surface.

L'élément ajouté à la surface diffuse à l'intérieur du substrat pour former une solution solide d'insertion (dans le cas des éléments de faible diamètre atomique) ou de substitution (pour les atomes de grand diamètre) dans la structure, ou encore pour former des combinaisons chimiques ou des phases intermétalliques avec le matériau de base.

Le processus de diffusion se déroule, en général, à des températures relativement élevées suite à un apport externe d'atomes vers la surface traitée. Le milieu porteur d'atomes peut être solide, liquide ou gazeux.

Les traitements thermo-chimique permettent de modifier les caractéristiques mécaniques (dureté, coefficient de frottement, limite de fatigue,...) de surface des matériaux traités.

Les éléments diffusants à travers la surface sont soit :

- Soit des métaux (le chrome « Cr », l'aluminium « Al », le niobium « Nb », le titane « Ti »,...) qui conduisent à la formation de phases intermétalliques et/ou des composés chimiques complexes ayant une bonne résistance aux phénomènes d'usure.
- Des métalloïde (le carbone « C », le bore « B », l'azote « N », le soufre « S »,...) qui conduisent à la formation de composés chimiques (carbures, nitrures, borures, sulfures,...) connus par leurs excellentes propriétés de résistance à l'usure. Vu le grand intérêt que présente la diffusion du bore à la surface dans la lutte contre l'usure, ce sujet sera amplement détaillé dans le chapitre suivant.

La figure 1.10 rassemble quelques procédés de traitement thermo-chimiques pour la modification des propriétés de surface.

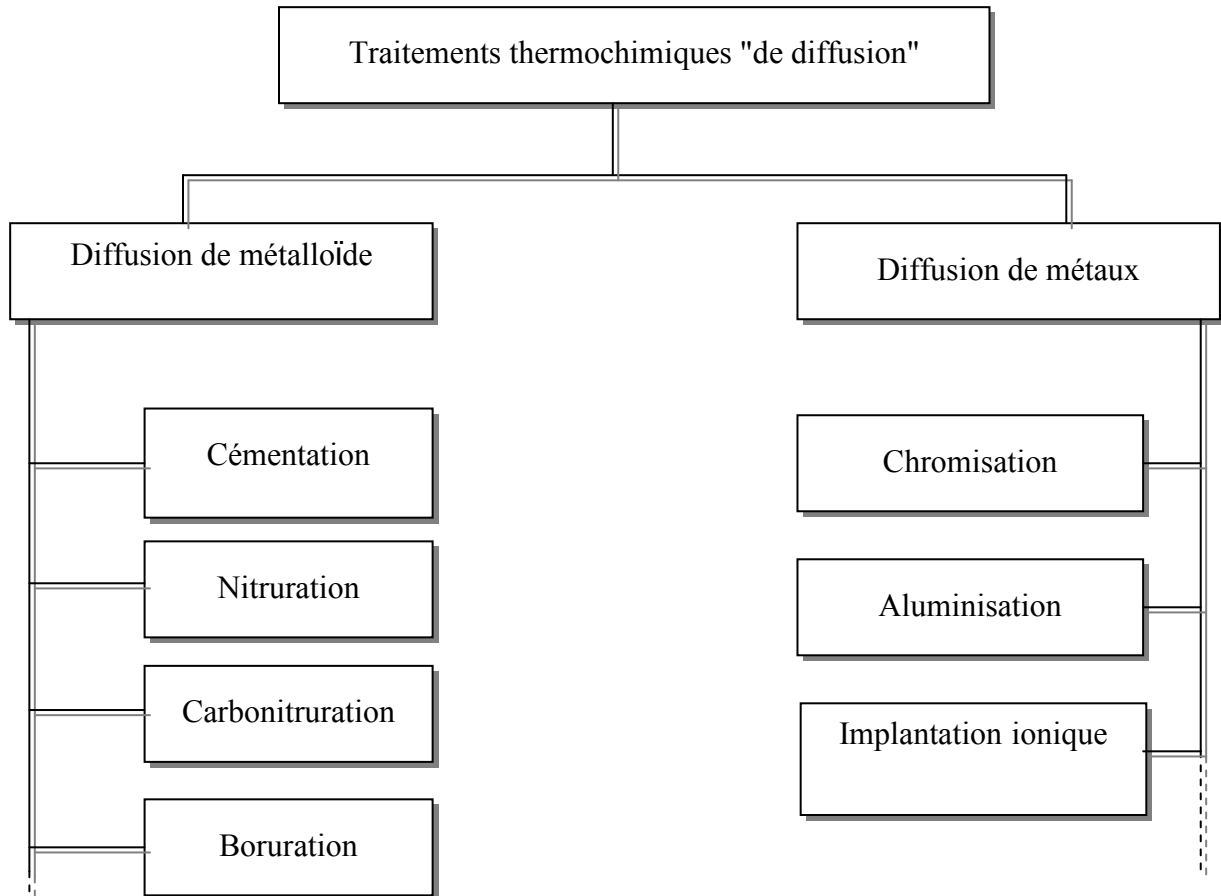


Figure 1.10 : Quelques procédés de traitements thermochimiques des surfaces.

CHAPITRE 2

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LA BORURATION

2.1 Généralités

La boruration est un traitement thermochimique de surface qui peut être appliqué à une large gamme de matériaux (Métaux Ferreux, Métaux Non Ferreux et Cermets) et qui consiste à introduire des atomes de bore à la surface du substrat. Le bore introduit réagit avec le matériau de base pour former des borures ayant une dureté qui peut atteindre 2000 HV sur les aciers et 3000 HV sur les alliages de titane [8].

Les couches borurées obtenues par ce traitement sont connues par leur bonne résistance à l'usure et à la corrosion dans plusieurs milieux agressifs et particulièrement dans les acides et les métaux fondus (Zinc et Aluminium) [9].

2.2 Techniques de boruration

Tous les traitements de boruration s'effectuent par l'apport d'atomes de bore à la surface des pièces traitées suite à une réaction chimique ou électrochimique entre un milieu contenant du bore et le matériau. Le milieu porteur des atomes de bore peut être gazeux, liquide ou solide (poudre ou pâte).

Ces différentes voies de boruration ont fait l'objet de plusieurs recherches, et chacune de ces voies présente des avantages et des inconvénients. Dans ce paragraphe, nous présenterons les principales méthodes utilisées pour la boruration des aciers.

2.2.1 Boruration en milieu gazeux

La boruration en milieu gazeux s'effectue par la décomposition ou la dissociation thermique des composés volatils de bore. Les produits gazeux susceptibles d'apporter du bore à la surface des matériaux traités sont :

- Les halogénures de bore (BF_3 , BCl_3 , BBr_3 ,...);
- Le diborane (B_2H_6);
- Les produits organiques du bore [triméthyl (CH_3)₃B, triéthyl (C_2H_5)₃B].

a) - Les halogénures de bore : Les halogénures les plus utilisés pour la boruration sont surtout, le tri fluorure de bore (BF_3), le tri chlorure de bore (BCl_3) et tri bromure de bore (BBr_3). La formation d'halogénure de fer à la surface des pièces traitées avec ces produits conduit généralement à l'obtention de couches borurées non compactes ayant de faibles caractéristiques mécaniques [10].

b) - Le diborane : Lorsque le diborane est utilisé dilué dans l'hydrogène « diborane-hydrogène », le mélange conduit à des couches borurées de qualité très satisfaisantes [11]. Le rendement de transfert de bore du milieu gazeux au substrat peut être amélioré par l'incorporation d'un dispositif de bombardement ionique dans l'enceinte de boruration [12]. Toutefois, l'utilisation du diborane reste très limitée en raison de sa toxicité et de son inflammabilité (le diborane s'enflamme spontanément au contact de l'air).

c) - Les composés organiques du bore : quant au triméthyle de bore (CH_3)₃B et le triéthyl de bore (C_2H_5)₃B, la boruration est toujours accompagnée d'une cémentation simultanée causée par la richesse de ces produits en carbone. La qualité des couches borurées ainsi obtenues est généralement mauvaise [13].

Contrairement aux traitements conventionnels tels que, la cémentation, la nitruration, la carbonitruration et la chromisation,... où le milieu gazeux est très souhaité à cause des avantages qu'il représente, la boruration en phase gazeuse n'a pas connu un grand succès à l'échelle industrielle pour les raisons sus-citées et qui sont liées à la difficulté de réalisation de ce traitement ainsi qu'à la qualité des couches borurées obtenues.

Le tableau 2.1 regroupe les principaux produits utilisés dans la boruration en milieu gazeux.

Tableau 2.1 : Propriétés des composés sources de bore dans la boruration en milieu gazeux.

Nom du composé chimique	Formule chimique	Masse (g/mole)	Teneur en bore (%)	Température de fusion (°C)	Température d'ébullition (°C)	Remarques et références
Trifluorure de bore	BF_3	67.82	15.95	-128.8	-101	Très sensibles à l'humidité [13] et [14].
Trichlorure de bore	BCl_3	117.19	9.23	-107.3	13	
Tribromure de bore	BBr_3	250.17	4.32	-46	90.01	
Diborane	B_2H_6	27.69	39.08	-165.5	-92.5	Très toxique et sensible à l'humidité [11] et [15]
Bore triméthyl	$(\text{CH}_3)_3\text{B}$	55.92	19.35	-161.5	-20	Provoquent la cémentation en même temps que la boruration [13]
Bore triéthyl	$(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{B}$	98.01	11.04	-95	95	

2.2.2 Boruration en milieu liquide

Dans la boruration en milieu liquide, la libération du bore qui se dirige vers la surface de la pièce traitée nécessite la réduction chimique du composé porteur de bore (la source de bore). Cette réduction s'effectue soit par voie électrochimique sous une tension appliquée, soit par voie chimique en ajoutant un agent réducteur aux bains de boruration.

Les sels utilisés dans les traitements de boruration avec ou sans électrolyse sont généralement à base de borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) ou à base de fluoborate de potassium (KBF_4). Plusieurs chercheurs ont effectué des études détaillées sur la boruration dans des sels fondus [16,17].

2.2.2.1 Boruration électrochimique dans des sels fondus

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

D'une manière générale, la composition chimique du bain de boruration est choisie en fonction de la température d'utilisation. Ainsi, les électrolytes à base de KBF_4 sont utilisés pour des températures comprises entre 600 et 850°C, et les électrolytes à base de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ sont utilisés pour des températures variant de 800 à 1050°C.

Dans tous les cas rencontrés, la boruration électrolytique a conduit à des couches borurées biphasées (Tableau 2. 2).

Tableau 2.2 : Quelques compositions chimiques des sels fondus utilisés dans les procédés électrochimiques de boruration [18]

Milieu de boruration	Température de boruration (°C)	Temps de boruration (h)	Densité de courant (A/cm ²)	Epaisseur de la couche borurée (µm)
100% Na ₂ B ₄ O ₇	800-1000	2-6	0,1 - 0,3	60-450
(100-60)% Na ₂ B ₄ O ₇ + (0 - 40)% B ₂ O ₃	950	4	0,20	320
80% Na ₂ B ₄ O ₇ + 20% NaCl	800-950	2-4	0,20	50-300
90% Na ₂ B ₄ O ₇ + 10% NaOH	600-700	2-6	0,20	15-50
85% Na ₂ B ₄ O ₇ + 15%Na ₂ HPO ₄	650-800	0.20	4-6	25-100
100% KBF ₄	600-850	0,5-2	0,05 - 0,70	5-75
90% (75 % KF + 25% LiF) + 10% KBF ₄	700-850	0,5-4	0,02 - 0,03	10-70

2.2.2.2 Boruration thermochimique dans des sels fondus

Le mécanisme de la boruration thermochimique dans des sels fondus se base sur la différence de potentiel électrochimique qui s'instaure entre la pièce traitée et l'agent réducteur présent sous forme de suspension dans le bain de boruration.

Selon le mécanisme, proposé par Lyakhovich [19], la boruration ne peut s'effectuer dans un bain donné que si et seulement si le potentiel de la surface de la pièce traitée est supérieur à celui de l'agent réducteur utilisé dans le bain.

Sur la base de cette théorie, plusieurs métaux et substances chimiques peuvent jouer le rôle de l'agent réducteur qui permet d'obtenir le bore atomique nécessaire dans tous les traitements de boruration.

Les agents réducteurs les plus utilisés dans les traitements de boruration dans des sels fondus sans électrolyse sont :

- L'aluminium : La grande affinité de l'aluminium pour l'oxygène rend cet élément apte à réduire le bore qui est présent sous forme d'anhydre borique (B₂O₃) résultant de la dissociation thermique du borax.

Ce genre de réducteur conduit généralement à des couches borurées biphasées ($\text{Fe}_2\text{B}+\text{FeB}$) ayant une épaisseur assez satisfaisante. Toutefois, il faut signaler que tous les bains constitués du borax et d'aluminium sont caractérisés par une viscosité très élevée, ce qui gêne d'une façon très remarquable le processus de boruration jusqu'à le bloquer dans certains cas.

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

□ le carbure de bore: Le carbure de bore est l'agent réducteur le plus utilisé dans les traitements de boruration dans des sels fondus à base de borax. Sa proportion dans le bain de boruration ne doit pas dépasser 40% par masse afin d'éviter que le milieu ne devienne pâteux et n'entraîne une boruration non uniforme de la surface traitée. Comme l'aluminium, le carbure de bore conduit généralement à des couches borurées biphasées ($\text{Fe}_2\text{B}+\text{FeB}$).

□ le carbure de silicium: Contrairement aux deux premiers composés, le carbure de silicium (SiC) ne conduit qu'à une couche borurée monophasée constituée uniquement de Fe_2B . La réaction de l'anhydride borique résultant de la dissociation thermique montre clairement que la présence d'oxygène en quantité suffisante est nécessaire à la libération de bore atomique. La proportion du carbure de silicium dans le bain de boruration est limitée à 35% par masse afin de maintenir sa viscosité à un niveau acceptable

□ Autres agents réducteurs: Des agents réducteurs autres que ceux cités dans le paragraphe précédent (le silicium, le calcium-silicium, le ferro-silicium, le ferro-manganèse, le carbure de calcium et la poudre de bore) ont également été utilisés par plusieurs chercheurs. Le carbure de calcium en particulier a donné de bons résultats. Cependant, son utilisation se heurte à un obstacle de taille: la présence du mélange air-acétylène dans les produits de réaction.

Les compositions chimiques des bains et les paramètres de boruration utilisés dans les laboratoires et l'industrie sont présentées dans le tableau 2.3.

Tableau 2.3 : Quelques compositions chimiques des sels fondus utilisés dans les procédés thermochimiques de boruration [18]

Milieu de boruration	Température de boruration (°C)	Temps de boruration (h)	Epaisseur de la couche borurée (µm)	Borures obtenus
45% NaCl + 45% BaCl ₂ + 10% B ₄ C	950	3	300	FeB + Fe ₂ B
80% NaCl + 5% B ₄ C + 5% NaBF ₄	950	5	190	FeB + Fe ₂ B
90% Na ₂ B ₄ O ₇ + 10% ferro-silicium	900-1000	2-6	50-200	Fe ₂ B
70% Na ₂ B ₄ O ₇ + 30% SiC	1000	6	210	Fe ₂ B
70% Na ₂ B ₄ O ₇ + 6% Fe-Al + 24% B ₄ C	900	3	145	FeB + Fe ₂ B
70% Na ₂ B ₄ O ₇ + 30% Al	900	3	120	FeB + Fe ₂ B
10% LiF + 6% NaF + 34% KF + 25% B ₂ O ₃ + 25% B ₄ C	550	6-12	10-35	FeB + Fe ₂ B

2.2.3 Procédés de boruration en milieu solide

2.2.3.1 Boruration avec des pâtes

La technique des pâtes est surtout utilisée dans le cas de la boruration partielle ou dans le cas des pièces de grandes dimensions qui sont difficiles à traiter par les autres techniques. Dans ce procédé, les pièces ou les parties de pièces à borurer sont couvertes par la pâte de boruration puis chauffées par induction, par effet Joule ou placées dans des fours conventionnels [18]. Le chauffage par induction H F est souvent préféré dans ce procédé à cause des avantages qu'il présente. Parmi ces avantages on peut citer :

- Un chauffage superficiel qui n'affecte que peu le cœur de la pièce, ce qui permet d'éviter les traitements ultérieurs.
- Un temps de traitement très réduit à cause de la température élevée obtenue par l'induction.

Les pâtes de boruration se composent, le plus souvent, de deux constituants essentiels :

- 1- Un constituant solide contenant une source riche en bore (carbure de bore, ferrobore, bore amorphe,.....), un activateur (cryolite, fluoroborates,....) et un diluant inerte (alumine ou carbure de silicium).

2- Un liant liquide et qui est généralement de nature organique (méthyle cellulose ou nitrocellulose dissoute dans l'acétate de butyle).

L'utilisation d'une pâte constituée de carbure de bore (granulométrie des grains entre 200 et 240 μm), de la cryolite (Na_3AlF_6) et d'un agent liant sur un acier C80 a conduit à une couche borurée de 125 μm d'épaisseur pour un traitement de 3 mn à 1200°C (chauffage par induction HF: 350 KHz) [20]. Les couches obtenues sont du type E et F.

Une autre pâte à base de ferrobore et de silicate de sodium a conduit à des couches borurées du type K [13] (paragraphe 2.5.2).

Le collage de la pâte sur l'échantillon après boruration représente un inconvénient majeur pour cette technique, ce qui a limité son utilisation. Afin de réduire cet effet, des solutions à caractère organique ont été utilisées comme liant par Galibois et al. [21].

Les principales pâtes utilisées pour la boruration des aciers sont rassemblées dans le tableau 2.4.

Tableau 2.4 : Compositions chimiques des mélanges et paramètres de boruration utilisés dans la technique des pâtes

Milieu de boruration	Température de boruration (°C)	Temps de boruration (h)	Epaisseur (μm)	Borures obtenus	Référence
50% B_4C + 50% Na_3AlF_6 + liant	1200	2-3 mn	35-125	FeB + Fe_2B	[20]
45% B_4C + 55% Na_3AlF_6 + liant	950	4	120	FeB + Fe_2B	[21]
80% B_4C + 20% Na_3AlF_6	800-1050	2-4	30-250	FeB + Fe_2B	
(40-60)% B_4C + (60-40)% NaF	1100	0.15	90-120	FeB + Fe_2B	[22]
95% B + 5% MgF	950	1.5	85	Fe_2B	
60% B + 40% $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ + liant	750-950	0.5-2	15-200	FeB + Fe_2B	[23]
30 % B + 70% $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ + liant		3-7	10-40	FeB + Fe_2B	[24]

2.2.3.2 Boruration avec des poudres

Kunst et Schaaber sont les premiers qui ont étudié en détail la boruration en milieu solide dans des poudres [13]. Avant eux, Minkevic a jugé que cette méthode est décevante et qu'elle ne conduirait qu'à des couches borurées poreuses et de faible épaisseur [25], et

c'est probablement la raison pour laquelle les chercheurs avaient négligé la recherche dans ce domaine pendant plusieurs années.

La technique des poudres consiste à emballer les pièces à traiter dans des caisses en acier remplies de poudre de boruration, puis à chauffer ces caisses dans des fours à moufles pendant une durée suffisante de telle sorte que la température soit homogène à travers tout le volume de la poudre.

Après les travaux de Kunst et Schaaber et ceux d'autres chercheurs, cette technique a connu beaucoup de développement et devenue la méthode la plus utilisée à l'échelle industrielle. La préférence industrielle de cette technique est justifiée par les avantages suivants :

- La simplicité des équipements utilisés, la propreté des pièces produites ainsi que le prix de revient acceptable des traitements.
- La facilité de manipulation des opérateurs et la possibilité de changement de composition chimique des poudres utilisées.

L'étude de ce procédé et les poudres utilisées pour la réalisation des couches borurées sera détaillée dans le paragraphe 2.3.

2.2.4 Autres procédés récents de boruration :

Les traitements de boruration des aciers et d'autres matériaux peuvent être effectués par d'autres procédés différents de ceux déjà décrits. Parmi ces procédés on peut citer :

2.2.4.1 Boruration par déposition physique en phase vapeur (PVD)

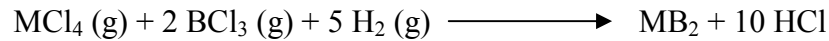
Le procédé est basé sur la création d'une atmosphère constituée d'un composé de bore mélangé avec un gaz porteur ($\text{BCl}_3 + \text{Ar}$, par exemple) qui réagit chimiquement sous l'effet d'une décharge électrique avec la vapeur provenant d'une cible du constituant métallique du borure concerné [26].

Les borures produits par cette technique sont surtout le borure de titane et le borure de zirconium TiB_2 , ZrB_2 , ...etc.

a- Boruration par déposition chimique en phase vapeur (CVD)

Le procédé est réalisé généralement à une température comprise entre 800 et 1000 °C pour déposer des borures des métaux réfractaires tels que WB , W_2B_5 , TiB_2 , ZrB_2 , ...etc.

Les dépôts réalisés sur les matériaux traités s'obtiennent selon une réaction chimique du type :



Où M est l'élément métallique du borure.

2.2.4.2 Boruration par plasma

Le principe du procédé repose sur les propriétés des décharges électriques dans les gaz. L'application d'une tension continue entre deux électrodes placées dans une enceinte contenant un gaz à basse pression produit une décharge électrique entre ces électrodes. Le régime de décharge dépend alors essentiellement de la tension appliquée et de la pression du gaz dans le réacteur. Sous l'effet du champ électrique, des espèces excitées sont créées à partir des molécules de gaz. Celles-ci sont accélérées vers le substrat cathodique et l'énergie ainsi libérée permet son échauffement. Il peut se produire des réactions physico-chimiques entre les espèces excitées et le substrat si ces espèces sont chimiquement actives.

Les travaux de recherche sur la réalisation des couches borurées sur différents substrats par ce procédé ont fait l'objet de plusieurs publications anciennes [27] et récentes [28,29].

Le traitement consiste à transférer l'élément borurant de la phase gazeuse vers la phase solide afin de réaliser dans celle-ci un profil de concentration déterminé (solution solide ou composés définis). Cela suppose l'existence d'une source gazeuse contenant l'élément borurant susceptible à libérer le bore dans les conditions de fonctionnement du procédé. Les gaz les plus utilisés dans ce procédé sont :

- Le diborane (B_2H_6), le gaz réactif est dilué avant son introduction dans le réacteur au moyen d'un gaz appelé gaz porteur, habituellement l'hydrogène ou l'argon. Le gaz porteur permet d'ajuster le pouvoir borurant de la phase gazeuse. Il peut contribuer également à la stabilité de la décharge électrique.
- Le chlorure de bore (BCl_3), qui lui aussi, est utilisé dans des conditions semblables à celles du diborane.

2.2.4.3 Boruration à composants multiples

Le terme boruration à composants multiples est utilisé pour définir le processus de diffusion du bore et d'un métal ou plus à la surface du substrat. Les propriétés des couches de borures obtenues par ce procédé sont très intéressantes (dureté très élevée qui peut atteindre jusqu'à 4000 HV, résistance à l'usure abrasive et adhésive, résistance à l'oxydation et à la corrosion,....) [30,31].

En fonction des étapes suivies, le procédé de boruration à composants multiples peut être réalisé de trois manières différentes :

- Boruration et métallisation simultanées
- Boruration suivie d'une métallisation
- Métallisation suivie d'une boruration.

2.3 Boruration en milieux solides dans des poudres

La boruration à base de poudres s'effectue généralement dans des caisses hermétiques et appartient aux traitements thermo-chimique de surface basés sur un processus de diffusion. Cette méthode est caractérisée par un contact direct des pièces à traiter avec le ciment de boruration.

D'une manière générale, le ciment utilisé dans ce procédé est constitué de trois principaux composants :

- La source de bore « le donneur » : C'est la composante la plus importante et qui doit être très riche en bore. Après sa libération ce dernier va diffuser dans la couche superficielle. Les produits utilisés comme constituant donneur doivent se présenter, le plus souvent, sous forme de poudres très fines.
- L'activant : C'est un composé halogéné qui, après décomposition à haute température et/ou réaction avec la source de bore, assure le transport de l'élément diffusant sous forme d'halogénure volatil.
- Le diluant : C'est un composé inerte chimiquement, ajouté au ciment pour empêcher le frittage de ce dernier. Les composés les plus utilisés comme diluant sont l'alumine (Al_2O_3) et le carbure de silicium (SiC). Ces deux produits sont caractérisés par une température de fusion très élevée, ce qui empêche

l'agglomération du ciment de boruration. La proportion du diluant dans le ciment doit être toujours supérieure à 50 %.

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

- ❑ Le modérateur : Lorsqu'il est allié à la source de bore, ce composé permet de contrôler l'activité du bore dans le ciment.
- ❑ Le réducteur : C'est un composé ajouté en faible quantité pour éviter l'oxydation des principaux constituants au cours de la formation de la couche de diffusion.

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

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

2.3.1 Les poudres à base de bore

Selon Sinha [25], au début on croyait que la boruration avec le bore amorphe n'est possible que dans des fours sous vide ou dans une atmosphère inerte d'hydrogène, et même sous ces conditions, les couches borurées obtenues sont très minces et poreuses. D'autres travaux ont confirmé expérimentalement cette théorie en utilisant le bore amorphe avec le chlorure d'ammonium (NH_4Cl) comme activateur. La conclusion finale de ces travaux est qu'il est possible d'améliorer la qualité des couches de borures obtenues par cette méthode [32].

Après une dizaine d'années, d'autres chercheurs ont trouvé que ni le vide ni l'atmosphère inerte ne sont indispensables à la boruration par le bore amorphe, et que contrairement à ce qu'on croyait, les couches borurées obtenues dans des fours sous vide sont considérablement plus minces que celle obtenues dans des atmosphères normales [13]. En effet, une couche borurée de 200 μm d'épaisseur a été obtenue par la boruration d'un fer Armco pendant 3 heures à 1000°C et sous une pression normale, alors que le même

matériau sous une pression de 10^{-5} torr a conduit à une épaisseur ne dépassant pas les 40 μm [13].

Beaucoup de travaux ont confirmé que le bore amorphe est plus réactif que le bore cristallin. C'est pour cette raison que les poudres de bore utilisées sont généralement à base de bore amorphe et non cristallin. Une explication acceptable de ce phénomène est le fait que le bore amorphe a une surface active plus grande que celle du bore cristallin. Cependant, le coût relativement élevé du bore amorphe a entraîné une réduction progressive de sa proportion dans les poudres de boruration.

Des additions de quelques produits au bore amorphe pour l'amélioration de l'épaisseur et de la qualité des couches borurées n'ont pas conduit à des résultats satisfaisants. À titre d'exemple, la poudre constituée de 33 % bore amorphe, 65 % Al_2O_3 et 2 % NH_4Cl a produit une couche borurée ayant une épaisseur qui ne dépasse pas le quart par rapport à celle obtenue en utilisant le bore amorphe pur.

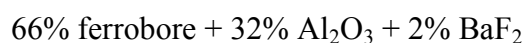
Lorsque le chlorure d'ammonium (NH_4Cl) est ajouté seul à un pourcentage compris entre 2 et 5 %, l'épaisseur de la couche borurée sera au moins doublée [33].

2.3.2 Les poudres à base de ferrobore

Les couches borurées obtenues par des poudres à base de ferrobore ne sont pas techniquement acceptables parce qu'elles sont du type K (couche dégénérée) (Figure 2.3). La morphologie dégénérée particulière des couches borurées obtenues avec le ferrobore est due à la diffusion du silicium présent comme impureté dans le ferrobore qui s'effectue simultanément avec celle du bore ou la précède. D'autres études ont montré que la présence de l'aluminium comme impureté dans la poudre de boruration provoque les mêmes effets [33].

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

L'une des poudres à base de ferrobore proposées pour les traitements de boruration est constituée de :



Pour éviter la production des couches dégénérées inutilisables, le degré de pureté de ferrobore utilisé dans la poudre de boruration doit être contrôlé [33]. Cependant le ferrobore d'une telle pureté ne peut guère être disponible industriellement pour des raisons économiques [8].

2.3.3 Les poudres à base de carbure de bore

Malgré sa richesse en bore et sa disponibilité en bonne qualité et avec des prix relativement raisonnables dans le marché mondial, le carbure de bore a fait du retard avant qu'il ne devienne la source de bore la plus favorisée.

Au début on n'a pas prêté beaucoup d'attention au carbure de bore qui n'a été utilisé que dans de rares cas comme composant supplémentaire au ferrobore [13]. Des travaux russes ont conclu que l'utilisation de carbure de bore ne donne pas des résultats aussi bons que ceux obtenus avec le ferrobore. Par contre, les chlorures de potassium (KCl), de sodium (NaCl), de calcium (CaCl_2) et l'acide borique (B_2O_3) augmentent l'activation des atomes de bore dans les poudres de boruration [33].

Les meilleurs résultats sont obtenus avec l'addition de 16 % de borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) aux poudres de boruration utilisées.

Les poudres utilisant le carbure de bore (B_4C), comme source de bore, n'ont connu leur utilisation qu'aux années 60 lorsque Trush et son équipe de recherche ont utilisé une poudre de carbure de bore ayant une granulométrie de 16 μm pour la boruration du fer et des aciers au carbone (fer Armco, acier 20, acier 40 et acier 48) [33]. Dans ces expériences, les échantillons ont été emballés dans la poudre de carbure de bore puis couverts par les silicates de sodium pour éviter l'oxydation pendant le traitement.

Les traitements effectués ont conduit à une couche borurée biphasée, mais aucune déclaration concernant la qualité de la couche n'était faite. Les expériences ont montré que la température optimale est située entre 900 et 950 °C pour des durées de traitement de 2 à 6 heures.

Les recherches de base de l'institut allemand Haretereï Technische Mitteilung complétées par les travaux de développement industriel accompli par la société allemande Electroschmelzwerk Kempten [34] ont abouti à la mise au point à des ciments de boruration constitués de poudres et de granulés à base de carbure de bore, connues sous différents noms commerciaux (Ekabor, Durborid,...), et qui ont fait leurs preuves à l'échelle industrielle en tant que poudres de boruration efficaces.

Les travaux de développement et d'optimisation de ces poudres ont montré que l'addition des fluoroborates augmente considérablement l'efficacité des poudres et abaisse la température de traitement [33].

Le procédé n'a pas cessé de se développer, et actuellement il est possible de faire le choix de la nature (couche biphasée ou monophasée) et la qualité de la couche borurée désirée en jouant sur la composition chimique de la poudre destinée à la boruration.

D'autres études ont montré que tous les fluoroborates peuvent être ajoutés aux poudres de boruration à base de carbure de bore, cependant ceux des alcalins tels que NaBF_4 , KBF_4 et $(\text{NH}_4)\text{BF}_4$ sont plus adéquats que les fluoroborates des métaux lourds [35].

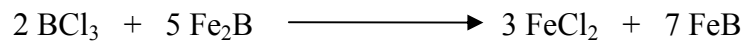
2.3.4 Rôle des activateurs dans les poudres de boruration

Plusieurs chercheurs ont étudié le rôle des activateurs et leur influence sur le processus de boruration. Les produits les plus aptes à jouer ce rôle d'activateur dans les poudres sont surtout les halogénures. Dans ce paragraphe, nous allons étudier les activateurs les plus connus dans le processus de boruration en milieu solide.

- Le chlorure d'ammonium (NH_4Cl) : C'est le premier activateur qui a été testé dans les poudres de boruration. L'utilisation d'une poudre de boruration constituée de borax, de carbure de bore, d'alumine et de 5 % de chlorure d'ammonium a conduit à une couche borurée biphasée ($\text{FeB} + \text{Fe}_2\text{B}$), alors que l'utilisation de la même poudre en absence de chlorure d'ammonium donne une couche borurée monophasée [33]. Selon les auteurs, le mécanisme de la formation de la couche borurée, en présence du chlorure d'ammonium, passe par la formation de chlorure de bore, qui ensuite entre en réaction d'échange avec la surface du substrat. Cette approche est confirmée par la présence de FeCl_2 dans

les gaz échappés. Après que la couche de borure Fe_2B produite couvre toute la surface du substrat, une réaction directe entre le chlorure de bore et le fer aura lieu. Et comme la diffusion du fer à travers la couche borurée est improbable, le chlorure de bore ne peut accomplir sa réaction qu'avec le borure Fe_2B .

En supposant que BCl_3 est formé dans le mélange solide et FeCl_2 durant la réaction avec la surface du substrat, la réaction d'échange est de la forme :



L'épaisseur de la couche borurée n'est pas visiblement affectée par la quantité de chlorure d'ammonium dans la poudre de boruration, alors que la présence de ce produit, même en faible quantité, conduit toujours à des couches borurées biphasées [33].

- Le borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) : Des travaux russes ont montrés que les meilleurs résultats de boruration sont obtenus en ajoutant du borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) aux poudres de boruration à base de carbure de bore (B_4C) [13].

L'utilisation du borax comme activateur n'a pas connu de développement à cause des problèmes de nettoyage des échantillons après boruration (la présence de borax conduit à la formation d'une phase pâteuse qui se colle au substrat).

D'une manière générale, les poudres qui contiennent du borax conduisent à des couches borurées biphasées.

- Les fluoroborates de potassium et de sodium (KBF_4 et NaBF_4) : Le composé le plus utilisé comme activateur dans les poudres de boruration actuellement est le fluoborate de potassium (KBF_4).

Une étude effectuée par Carbucicchio et al. [36] sur l'influence de la proportion de KBF_4 dans une poudre de boruration à base de carbure de bore a montré que lorsque la teneur de ce composé atteint 10 %, la couche borurée obtenue devient une couche biphasée.

Selon Goeriot et Thénevot [37], le composé réellement activateur dans les poudres de boruration contenant un fluoroborate est le trifluorure de bore (BF_3) issu de la décomposition thermique de KBF_4 .

- Autres activateurs : En plus des activateurs sus-cités, d'autres produits sont ajoutés en très faibles quantités (entre 1 et 2 %) dans les poudres de boruration pour jouer le rôle d'activateur. Parmi ces produits, on peut citer le fluorure de baryum utilisé par Kunst et Shaaber [33] et le fluorure de sodium utilisé par Tsipa et Rus [38].

Les paramètres des traitements de boruration et les compositions chimiques des mélanges recommandés pour la technique des poudres sont rassemblés dans le tableau 2.5.

Tableau 2.5 : Boruration par la technique des poudres [18]

Milieu de boruration	Température de boruration (°C)	Temps de boruration (h)	Epaisseur de la couche borurée (µm)	Borures obtenus
100% B amorphe dans une atmosphère de H ₂	850-900	2-5	30-130	FeB+Fe ₂ B
100% B amorphe dans une atmosphère de H ₂ +HCl	850-900	2-5	40-300	FeB+Fe ₂ B
75% B amorphe + 25% Al ₂ O ₃	950-1050	2-5	45-330	FeB+Fe ₂ B
33% B amorphe + 65% Al ₂ O ₃ + 2% NH ₄ Cl	850-900	2-5	100	FeB+Fe ₂ B
50% B amorphe + 49% Al ₂ O ₃ + 1% NH ₄ F HF	815	6-24	120	FeB+Fe ₂ B
66 % Ferrobore + 32 % Al ₂ O ₃ + 2 % BaF ₂	900	8	180	FeB+Fe ₂ B
(8-22) % B ₄ C + (92-78) % Na ₂ B ₄ O ₇ sous vide	900-1000	3-9	25-190	FeB+Fe ₂ B
4.75 % B ₄ C + 5% KBF ₄ + 90.25% SiC	900	4	100	FeB+Fe ₂ B
100% B ₄ C	950-1000	2-6	50-300	FeB+Fe ₂ B
98-99 % B ₄ C + 1-2% AlF ₃	800-1000	2-6	60-300	FeB+Fe ₂ B
50% B ₄ C + 43 % Al ₂ O ₃ + 3% KBF ₄	970	3-4	100-140	FeB+Fe ₂ B
40-70% source de bore [B amorphe, ferrobore, nickel-bore] + 1-5% activateur (NH ₄ Cl, NaF, KBF ₄ , AlF ₃) + diluant inerte (Al ₂ O ₃ ,MgO, SiC)	950-1050	3-5	70-250	FeB+Fe ₂ B
Ekabor1, Ekabor 2, Ekabor 3	900	4-12	100-200	FeB+Fe ₂ B ou Fe ₂ B

2.4 Etude du système binaire Fe-B

Les métaux ayant une électronégativité plus faible que celle du bore peuvent se combiner à celui-ci en formant des borures interstitielles ou intermétalliques. La nature de la liaison métal-bore est du même type que celle de la liaison métal-métal des réseaux métalliques.

Les borures obtenus avec les métaux ont en général des propriétés physiques et mécaniques très intéressantes.

La figure 2.1 [10,39] présente le diagramme d'équilibre du système binaire Fe-B.

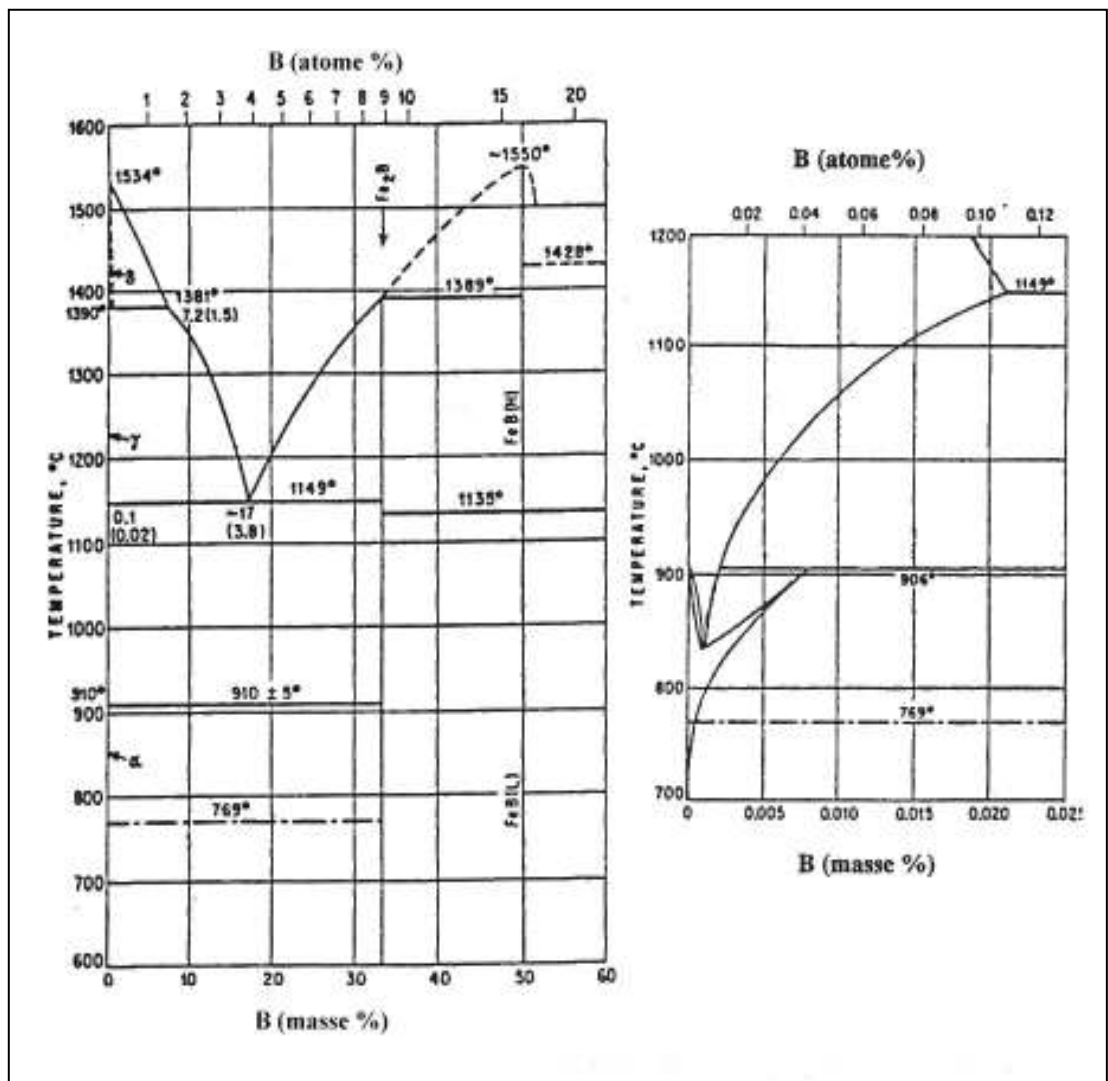


Figure 2.1: Diagramme d'équilibre du système binaire Fe-B [10,39]

D'après la figure 2.1, on peut signaler les constatations suivantes :

- La solubilité du bore dans le fer est très faible, elle est de l'ordre de 2 ppm dans la ferrite à 720 °C comme valeur minimale, et de 210 ppm comme valeur maximale dans l'austénite à 1149 °C [10].

Le tableau 2.6 regroupe les valeurs de la solubilité du bore dans le fer en fonction de la phase et de la température.

Tableau 2.6 : Solubilité du bore dans le fer à différentes températures [18]

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

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

Le borure Fe_2B : C'est un composé chimique formé entre le fer et le bore pour une concentration atomique en bore de 33,33 %. Ce même borure Fe_2B forme avec le fer un eutectique à 1149 °C (Figure 2.1).

Le borure FeB : Ce composé chimique correspond à une concentration atomique en bore de 50 %. Ce deuxième borure FeB n'est stable que sur une gamme de composition chimique extrêmement étroite (Figure 2.1).

2.5 Propriétés des couches borurées

2.5.1 Morphologie des couches borurées

Les couches borurées réalisées sur les aciers au carbone et les aciers faiblement alliés ont, en général, une forme aciculaire très accentuée orientée perpendiculairement à la surface traitée. Cette forme aciculaire assure un bon accrochage des couches borurées au métal de base. Dans les cas d'aciers fortement alliés cette dentelure est atténuée, voire inexistante pour certains aciers, ce qui peut conduire à des risques d'écaillage de la couche borurée, surtout lorsque celle-ci est soumise à des sollicitations de chocs.

La figure 2.2 représente la morphologie typique des couches borurées réalisées sur les aciers. Sur cette figure, on constate facilement la forme aciculaire de la couche formée sur le substrat.

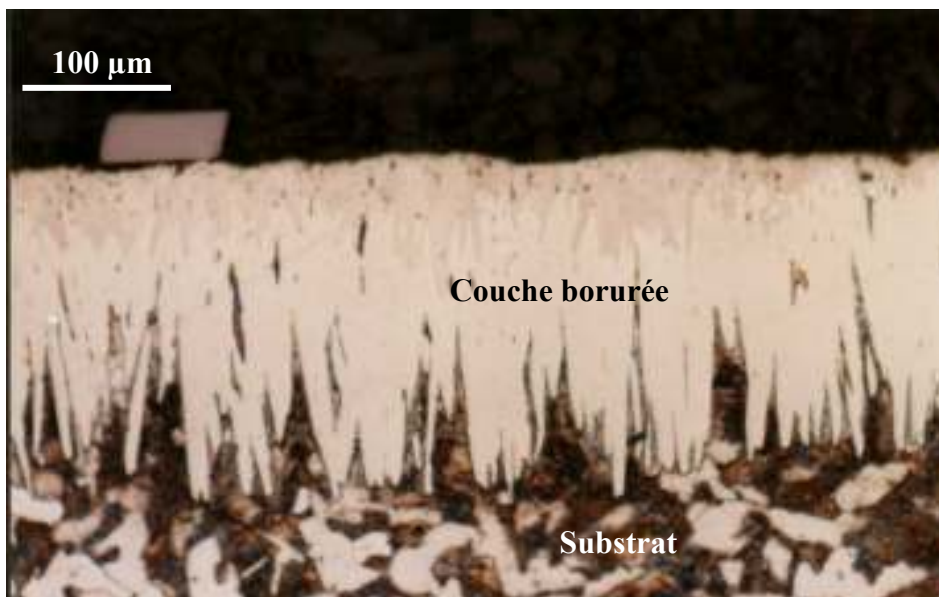


Figure 2.2 : Forme typique des couches borurées obtenues sur les aciers.

2.5.2 Types des couches borurées

En fonction de la composition du milieu de boruration et des conditions de traitement, les couches borurées obtenues sur les aciers au carbone peuvent être monophasées (constituées du borure Fe_2B uniquement) ou biphasées (constituées des deux borures FeB vers l'extérieur de la surface et Fe_2B vers l'intérieur). Le choix entre la réalisation d'une couche monophasée et une autre biphasée se fait sur la base des conditions de sollicitations des pièces traitées.

Après de nombreux travaux de recherches sur la boruration dans différents milieux et dans des conditions très variées, Kunst et Shaaber [13] ont réussi à classer les différentes couches borurées obtenues en fonction de leurs qualités.

La figure 2.3 présente les différents types des couches borurées qui peuvent être obtenues après un traitement de boruration.

Pour évaluer la qualité d'une couche borurée donnée, il suffit d'effectuer un test métallographique qui permet de vérifier la présence d'une ou de deux phases et d'estimer la profondeur des couches ainsi que la nature de l'interface entre la couche et le substrat.

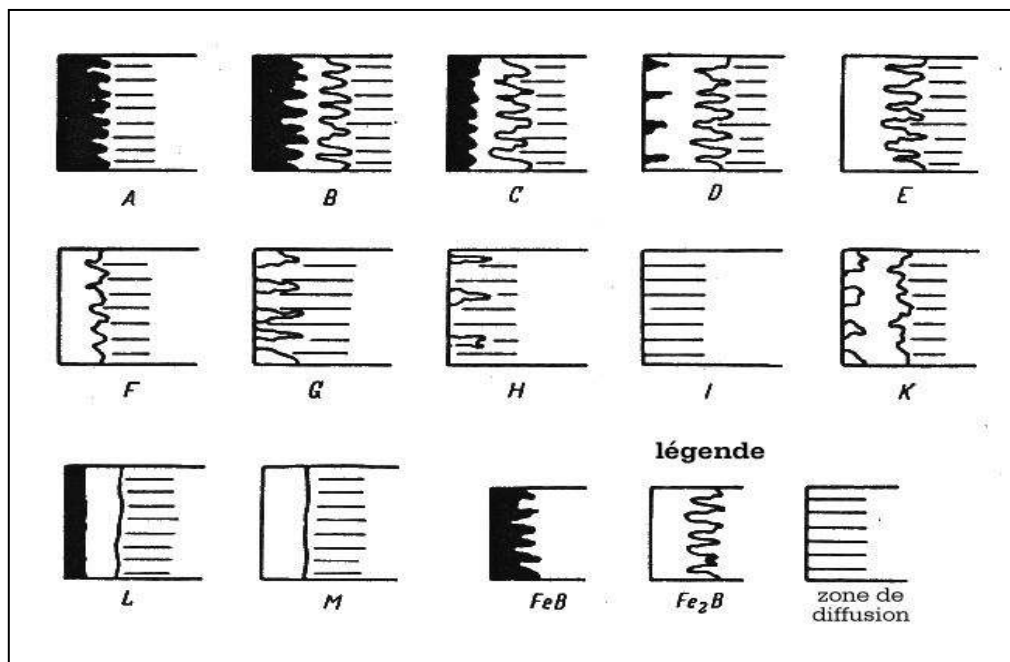


Figure 2.3 : Types de couches borurées obtenues en fonction du milieu et des conditions de boruration [33]

Couche A : Couche monophasée de FeB.

Couche B : Couche à deux phases FeB et Fe₂B.

Couche C : Couche à deux phases FeB plus mince que dans B.

Couche D : Couche à deux phases, mais seulement des dents de FeB isolés.

Couche E : Couche monophasée de Fe₂B fortement dentelée.

Couche F : Couche monophasée de Fe₂B moins fortement dentelée.

Couche G : Couche dentelée de Fe₂B.

Couche H : Couche dentelée de Fe₂B très isolée.

Couche I : Zone de diffusion.

Couche K : Couche dégénérée.

Couche L : Couche à deux phases FeB et Fe₂B non dentelée.

2.5.3 Epaisseurs des couches borurées

Théoriquement, l'épaisseur d'une couche borurée n'est pas limitée, il suffit d'augmenter la durée de chauffage et/ou la température de traitement pour obtenir des couches borurées de plus en plus épaisses. Toutefois, à cause de la grande fragilité des couches borurées, le plus souvent, l'épaisseur de cette dernière est limitée à des profondeurs adéquates aux conditions de travail :

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

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

2.5.4 Les principales caractéristiques des borures de fer

Les couches borurées sont connues pour leurs propriétés mécaniques et chimiques particulières. Parmi ces propriétés physiques, mécaniques et chimiques, on peut citer :

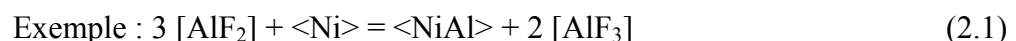
- ❑ La dureté des couches borurées est de l'ordre de 1800 HV pour Fe_2B et 2100 HV pour FeB et elle se maintient même à des températures très élevées.
- ❑ Les propriétés tribologiques des couches borurées sont très bonnes. La boruration est utilisée pour l'amélioration de la tenue à l'usure abrasive et est considérée comme un traitement concurrent aux autres revêtements utilisés pour leurs applications tribologiques tels que TiC, TiN,....
- ❑ Les couches borurées présentent une grande résistance au phénomène d'endommagement du type usure adhésive. Le coefficient de frottement, dans les conditions de frottement mixte est $\mu = 0,1 - 0,15$ pour frottement sur acier ou sur alumine [26].

- Dans le domaine nucléaire, ces couches présentent un intérêt important lié aux propriétés neutroniques du bore. Donc ces couches peuvent être utilisées comme absorbant sous forme massive [26].
- Les couches borurées ont, d'une manière générale, une stabilité chimique très remarquable ce qui les laisse très envisageables dans les différents milieux agressifs. Dans beaucoup de travaux, les couches borurées ont montré une bonne résistance à l'attaque par la plupart des acides et des bases (HCl, H₂SO₄, H₃PO₄, NaOH, KOH,...).
- A cause de la grande différence entre les coefficients de dilatation des couches borurées et de l'acier, lors du refroidissement après boruration, il apparaît des contraintes internes très intenses qui peuvent conduire à des fissures à la surface borurée.
- La rugosité des couches borurées est de l'ordre de 2 à 4 μm pour les surfaces polies et de 4 à 6 μm pour les surfaces rectifiées.
- La résistance des couches borurées obtenues sur les aciers aux sollicitations statiques et dynamiques est très variable à cause des coefficients de dilatation des borures qui sont différents du fer (15,6 10⁶ K). Lors du refroidissement après boruration, il apparaît des tensions internes de compression dans la couche Fe₂B et des tensions internes de traction dans la couche FeB. Les tensions internes de compression augmentent la résistance à la fatigue. Par contre, la résistance aux sollicitations dépend de la nature, la forme de la pièce et l'épaisseur de la couche borurée [26].

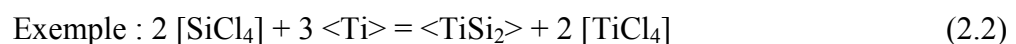
2.6 Etude des équilibres thermodynamiques dans le ciment de boruration

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

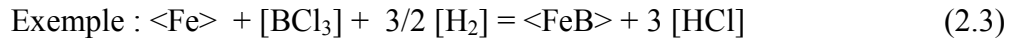
- La dismutation d'un halogénure volatil :



- L'échange du donneur avec les atomes du substrat :



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



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

Dans les procédés de cémentation activée dans des caisses il y a toujours compétition entre :

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

Le tableau 2.7 rassemble les réactions qui peuvent avoir lieu dans un ciment qui contient : le carbure de bore, NaBF_4 et le carbure de silicium.

Tableau 2.7 : L'évolution des réactions de boruration dans un ciment qui contient le fluoroborate de sodium [18].

L'équation de la réaction	ΔG^* [KJ]	ΔS^{**} [KJ]
$\text{NaBF}_4 \longrightarrow \text{NaF} + \text{BF}_3$	<0	>0
$4 \text{BF}_3 + 3 \text{SiC} + \frac{3}{2} \text{O}_2 \longrightarrow 3 \text{SiF}_4 + 3 \text{CO} + 4 \text{B}$	-560	110
$3 \text{SiF}_4 + \text{B}_4\text{C} + \frac{3}{2} \text{O}_2 \longrightarrow 3 \text{BF}_3 + \text{SiO}_2 + \text{CO} + 2 \text{Si}$	-793	94
$\text{B}_4\text{C} + 3 \text{SiC} + 3 \text{O}_2 \xrightarrow[\text{SiF}_4]{\text{BF}_3} 4 \text{B} + 2 \text{Si} + \text{SiO}_2 + 4 \text{CO}$	-1353	204

1.7 Formation et croissance des couches borurées

Selon plusieurs auteurs [40,41], les atomes de bore libérés par le milieu de boruration sont adsorbés à la surface du substrat puis entrent en solution solide dans l'acier. Lorsque la solubilité maximale du bore dans l'acier est atteinte, les borocarbures se précipitent. Avec l'augmentation de la teneur en bore à la surface, les premiers germes du borure Fe_2B apparaissent sur les points les plus réactifs de la surface du substrat (rayures, rugosité, joints de grains, dislocations,...). Avec le temps, la concentration du bore au niveau de l'interface milieu de boruration / Fe_2B atteint une valeur critique, ce qui conduit à l'apparition des germes de FeB à la surface du substrat.

La croissance des couches borurées est initialement gouvernée par la déposition de bore atomique à la surface du substrat, et dès qu'une concentration critique de bore est atteinte en surface, le contrôle revient à la diffusion.

La croissance des couches borurées est considérée comme un processus à doubles interfaces ; c'est-à-dire que les réactions chimiques avec le bore s'effectuent au niveau de deux interfaces :

- $\text{Fe}_2\text{B}/\text{Substrat}$: pour les couches borurées monophasées.
- $\left. \begin{array}{l} \text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B} \\ \text{Fe}_2\text{B}/\text{Substrat} \end{array} \right\}$ pour les couches borurées biphasées.

Dans le cas des couches borurées polyphasées, le mécanisme du borure FeB sur le borure Fe_2B est similaire à celui du borure Fe_2B sur le substrat.

La littérature scientifique n'est pas très riche en données sur la diffusion du bore. Le tableau 2.8 présente les facteurs de fréquence et les énergies d'activation de diffusion du bore dans le fer, dans un acier contenant 0,09 % de carbone et dans un borure de fer qui contient entre 8 et 11 % de bore.

Tableau 2.8 : Facteurs de fréquence et énergies d'activation de diffusion du bore [42].

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

A titre de comparaison avec d'autres éléments utilisés dans les traitements thermochimiques de surface semblable à la boruration, la figure 2.4 compare les coefficients de diffusion du bore, du carbone et de l'azote dans le fer à différentes températures.

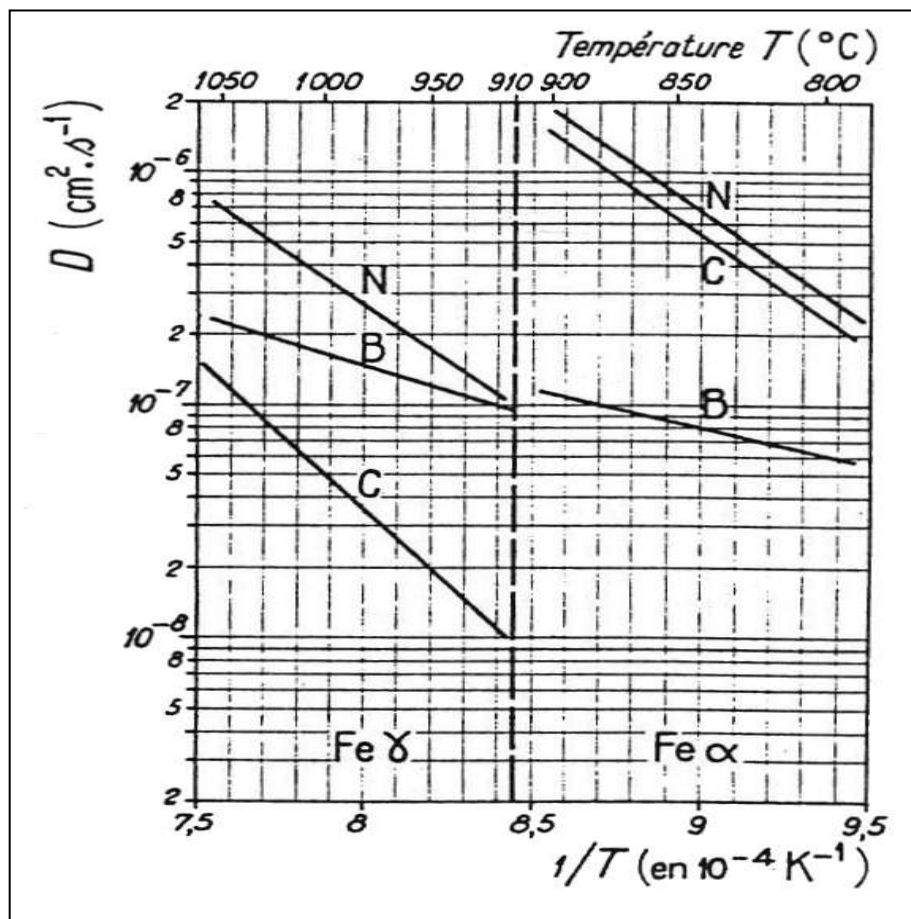


Figure 2.4 : Variation des coefficients de diffusion du bore, du carbone et de l'azote en fonction de l'inverse de la température [42]

2.8 Matériaux susceptibles à la boruration

D'après la littérature une large gamme de matériaux peut être borurée avec succès, parmi ces matériaux on peut citer les métaux ferreux, les métaux non ferreux et les cermets.

2.8.1 Les métaux ferreux

Quel que soit leur mode d'obtention (aciers laminés, aciers de coulée, aciers frittés,...), les aciers au carbone, les aciers alliés et les fontes grises ont fait l'objet de traitement de boruration dans plusieurs travaux. Toutefois, il faut signaler que les teneurs du silicium (Si) et de l'aluminium (Al) doivent être inférieures à 1 % et 0,3 % respectivement. Cette limitation de teneur est imposée par l'insolubilité de ces deux éléments dans les couches borurées formées, ce qui conduit à la formation d'une couche très riche en ces deux éléments en dessous de la couche borurée. La sous-couche riche en aluminium et en silicium est généralement très molle, ce qui représente un support inadéquat pour les couches borurées connues pour leur dureté très élevée. Ce phénomène peut conduire à la détérioration des couches borurées dans le cas de la soumission à des charges très importantes.

Les aciers rapides aussi, ne sont pas recommandés à la boruration à cause des problèmes causés par les traitements de durcissement qui vont suivre la boruration. En effet, ces traitements s'effectuent à des températures au dessus de la température de fusion des couches borurées.

D'une manière générale, plus la teneur en éléments d'alliages des aciers destinés à la boruration est importante, plus l'épaisseur de la couche borurée formée est moins importante à cause de l'existence des atomes étrangers aux couches borurées qui gênent la croissance de ces couches.

Par conséquent, sauf impératif d'utiliser un acier présentant des caractéristiques élevées dans la masse, il sera doublement avantageux de choisir un acier au carbone ou peu allié (par exemple l'acier 35CrMo4). De cette manière, on paiera l'acier moins cher et on pourra faire une couche plus épaisse et moins fragile, sans compter le gain sur l'usinage.

En résumé, les aciers les plus couramment employés sont:

- Aciers au carbone : C10, XC22, C35,
- Aciers faiblement alliés : 18 à 42 CrMo4,
- Aciers fortement alliés : X35 à 40 CrMoV5.

2.8.2 Les métaux non ferreux

Les techniques et les produits mis au point pour la boruration des métaux ferreux ne sont malheureusement pas applicables pour la plupart des métaux non ferreux et en particulier le Titane.

Des procédés sous protection d'argon et avec du bore amorphe très pur ont permis d'obtenir des couches borurées sans défauts sur le titane et ses alliages.

Pour simplifier le processus et économiser l'argon, des chercheurs allemands de la société DEGUSSA [43] ont amélioré le procédé pour ces métaux, et ont mis au point une technique spéciale.

Les travaux de Chatterjee-Fischer et Schaaber [44] sur la boruration de plusieurs métaux non ferreux (Titane et ses alliages, Tantale et le Nickel et ses alliages) ont montré que les couches borurées obtenues sur ces matériaux se caractérisent par leur propriétés mécaniques exceptionnelles (à titre d'exemple, la dureté obtenue sur les alliages de titane ou de tantale est de l'ordre de 3000 HV).

2.8.3 Les cermets

En plus des métaux ferreux et non ferreux, les cermets à matrice en cobalt ou cobalt-nickel ont fait l'objet de traitement de boruration pour l'amélioration des propriétés d'usure et de coupe de ces outils.

Les travaux de Goeuriot et al. [45] ont montré que la boruration peut être bénéfique aux cermets à condition que la teneur en liant de cobalt ne dépasse pas les 6 %, car au delà de cette limite le processus de boruration devient très difficile.

2.9 Applications industrielles de la boruration

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

Des travaux de recherches effectués par Subrahmanyam et Gopinath [46] d'un côté et Eyre et Morri [47] d'un autre côté ont montré que la boruration des aciers au carbone et des fontes grises augmente considérablement la résistance à l'usure adhésive et abrasive. Habig [48] a montré que la boruration confère aux aciers traités la meilleure résistance à l'usure adhésive pour longue durée comparativement aux autres traitements de surface (Nitruration, Vanadisation, Carburation,...).

Fichtl [49], après une longue série d'essais d'usure sur les couches borurées a jugé que la boruration est devenue un traitement de surface conventionnel comme la nitruration et la carburation et qu'elle est appliquée actuellement dans plusieurs branches de l'industrie (industrie de textile : guide-fils ; industrie pétrolière et chimique : tuyaux brûleurs, becs d'injection,...).

Malgré que les traitements de boruration ont connu leurs applications aux métaux depuis plusieurs années, les études sur la résistance des couches borurées aux milieux agressifs restent très limitées. Bazille [50] a indiqué que la boruration confère aux aciers une bonne résistance à la plupart des acides y compris l'acide chlorhydrique. Tsipa et al. [51] ont montré que les aciers borurés résistent bien à l'acide naphthénique à haute température (650°C) sous des conditions oxydantes aussi bien en phase liquide qu'en phase vapeur. Enfin Biddulph [52,53], a trouvé que la boruration réduit d'une façon très remarquable l'attaque des aciers par le zinc fondu ; ainsi, en Grande Bretagne, des bacs de galvanisation fabriqués en titane ont été remplacés avec succès par des aciers mi-durs borurés.

Lyakhovich et Bragilevskaya [54] ont trouvé que les pistons de moulage en coquille fabriqués en aciers alliés réfractaires sont remplaçables par des aciers mi-carbone borurés. Ainsi, pour les aciers remplacés, un prolongement de la durée de vie des pièces est obtenu en plus du prix de revient qui est de loin meilleur.

Le tableau 2.9 présente quelques exemples d'application de la boruration à l'échelle industrielle.

Tableau 2.9 : Quelques exemples d'utilisation industrielle des pièces borurées

Branche de l'industrie	Applications
Construction mécanique	Mandrins, tambours, disques de freins, lamelles d'embrayage Buses à vapeur surchauffée Glissières, douilles de guidage, plaques-filières, plaques d'appui Pignons coniques, bagues de paliers Pistons de pompe Poulies conductrices Poinçons d'emboutissage, outils d'estampage, canons de perçage Moules Rouleaux marqueurs, rouleaux transporteurs Herses, socs de charrue
Industrie automobile	Engrenages, culbuteurs, soupapes
Industrie du bâtiment	Eléments de transport et d'utilisation du béton
Industrie chimique	Corps, moteurs et chemises de pompes Bacs destinés à contenir de la cryolite, du zinc ou de l'aluminium fondus
Industries textile et plastique	Buses, plaques de buses, guide-fils, tubes Molettes de coupe, vis de boudineuses, cylindres

CHAPITRE 3 TECHNIQUE EXPERIMENTALES

3.1 Boruration des échantillons

3.1.1 Aciers utilisés

L'objectif principal des traitements de surface est d'améliorer les propriétés mécaniques des surfaces actives des pièces travaillant dans des conditions très sévères. Donc, il est généralement souhaitable de choisir un matériau bon marché (le plus souvent des aciers au carbone) pour minimiser le coût.

Dans ce travail, nous avons choisi un acier XC38 pour l'étude de la cinétique de croissance des couches borurées et cela pour pouvoir comparer nos résultats aux résultats des travaux antécédents.

Vu la complexité de la forme des éprouvettes utilisées comme pion dans l'essai d'usure « pion disque » et vu la non disponibilité de l'acier XC38 sous forme de plaque et de cylindre de faibles diamètres, nous étions dans l'obligation d'utiliser un acier XC18 pour les expériences d'usure abrasive et érosive.

La composition chimique des aciers XC18 et XC38 utilisés dans ce travail déterminée par analyse spectrométrique ¹ sont données dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 : Composition chimique des deux aciers XC38 et XC18 en pourcentage massique.

Acier	C	Mn	Si	P	S	Cu	Cr	Ni	Fe
XC18	0,19	0,55	0,29	0,030	0,032	0,22	0,28	0,29	Balance
XC38	0,39	0,68	0,34	0,026	0,025	0,18	0,19	0,26	Balance

Les échantillons utilisés pour l'étude de la cinétique de croissance des couches borurées ont une forme hexagonale avec les dimensions suivantes :

- Hauteur : 17,8mm
- Diamètre extérieur : 14,8mm

¹ L'analyse spectrométrique a été effectuée à l'unité de fonderie de la S.N.V.I. de Rouïba -ALGER

Les échantillons utilisés pour l'étude de la résistance à l'usure abrasive ont une forme cylindrique de 4 mm de diamètre.

Les échantillons utilisés pour les essais d'usure érosive ont tous une forme parallélépipédiques avec les dimensions suivantes :

- 50 mm x 50 mm x 0,8 mm

La figure 3.1 : Schématise la forme et les dimensions des échantillons utilisés dans ce travail.

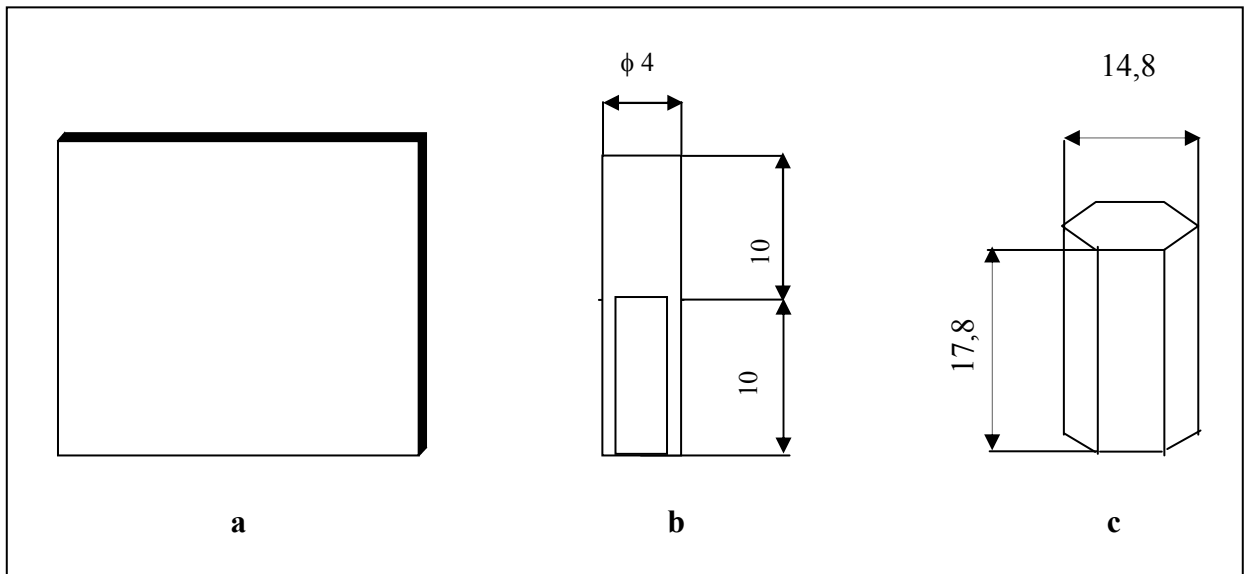


Figure 3.1 : Echantillons Utilisé :

- a- Pour essai d'usure érosive
- b- Pour essai d'usure abrasive
- c- Pour cinétique de croissance

3.1.2 Préparation des échantillons avant boruration

Juste avant boruration, tous les échantillons à traiter subissent un polissage avec du papier abrasif en carbure de silicium jusqu'à une granulométrie 1000. Cette préparation de surface avant boruration est utilisée pour éliminer toute contamination de surface et permet d'obtenir une boruration homogène à travers toute la surface de l'échantillon.

3.1.3 Traitement de boruration

La poudre de boruration utilisée pour le traitement des échantillons de ce travail est une poudre qui a été faite sur la base d'une poudre connue sous le nom d'Ekabor 2, commercialisée par la société allemande Electroschmelzwerk Kempten, et elle est constituée essentiellement de fluoroborate de potassium (KBF_4), de carbure de bore (B_4C) et de carbure de silicium (SiC).

Dans notre cas, le fluoroborate de potassium (KBF_4) a été remplacé par le fluoroborate de sodium (NaBF_4) pour des raisons de disponibilité. Chacun des trois constituants de cette poudre est utilisé pour jouer un rôle bien déterminé pendant le traitement de boruration des échantillons :

- Le carbure de bore B_4C comme source de bore ;
- Le carbure de silicium SiC comme diluant et
- Le fluoroborate de sodium NaBF_4 comme activateur.

Les trois constituants du ciment de boruration sont pris dans le mélange avec les proportions suivantes :

- B_4C : 5 % ;
- NaBF_4 : 5 % ;
- SiC : 90 %

La caisse dans laquelle la boruration des échantillons est effectuée est constituée d'un creuset cylindrique en acier inoxydable avec une capacité de 250 ml. Les échantillons sont placés dans le creuset de façon à permettre un contact intime entre ces derniers et la poudre de boruration.

Les trois constituants du ciment sont présentés sous forme de poudre relativement fine (~ 200 mesh). Une fois le mélange préparé dans les proportions sus-citées, ce dernier est très bien agité pendant plusieurs minutes pour assurer une bonne homogénéisation de ciment à travers tout le volume du creuset.

Le creuset est bien fermé avec un couvercle en acier inox adapté à cette opération pour éliminer tout échappement des gaz du creuset pendant les traitements de boruration. Une couche assez épaisse d'argile est ajoutée sur le couvercle pour assurer une bonne étanchéité.

Avant l'introduction des échantillons dans le four, le creuset est chauffé sur une plaque chauffante pour sécher la couche d'argile.

Les échantillons à borurer doivent être placés dans le creuset d'une façon qu'ils soient entièrement entourés d'une couche assez épaisse du ciment de boruration. Cette disposition est adoptée pour assurer suffisamment d'élément diffusant autour de tous les échantillons, ce qui va nous permettre d'obtenir une couche de boruration homogène ayant une épaisseur régulière à travers toutes les surfaces des échantillons traités (Figure 3-2).

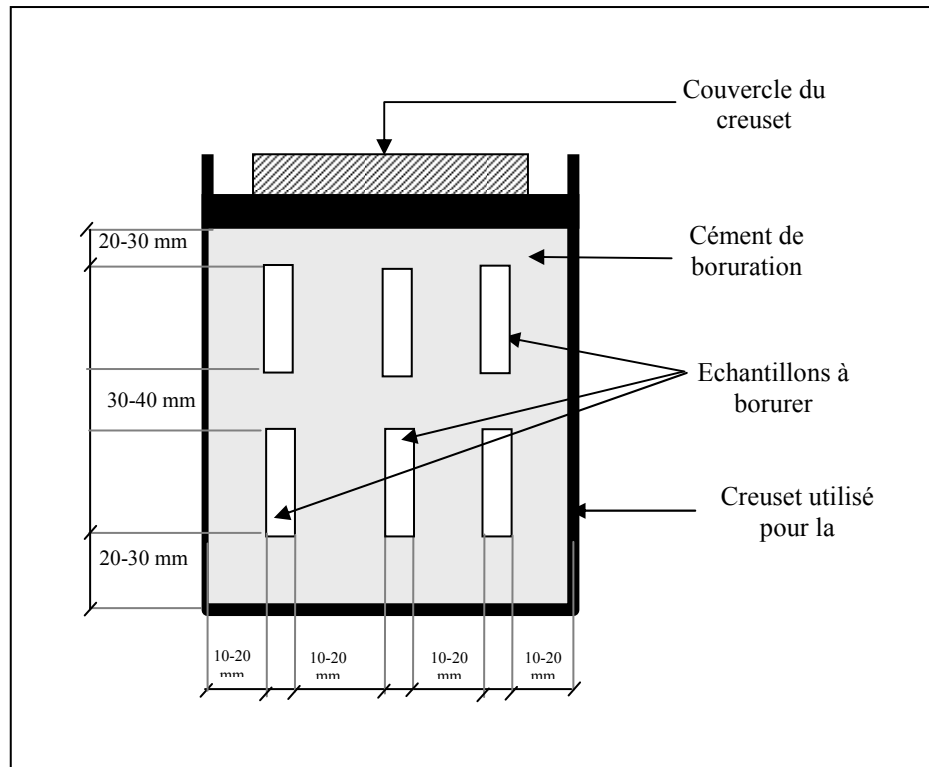


Figure 3.2 : Disposition des échantillons dans le ciment à l'intérieur du creuset avant introduction dans le four.

La température minimale de boruration prise dans ce travail est 800 °C, et ce pour être parfaitement assuré que la diffusion des atomes de bore dans l'acier s'effectue dans la phase γ et non dans le domaine α .

La température maximale de boruration a été limitée à 1050 °C afin de demeurer toujours en dessous de la température eutectique Fe-Fe₂B qui se trouve à 1149 °C d'après le diagramme d'équilibre Fe-B (Figure 2.1).

Pour l'étude de la résistance à l'usure abrasive et érosive, des échantillons en acier XC18 ont été borurés pour une durée de 5 heures à une température de 900 °C. Ce traitement permet généralement d'obtenir une couche borurée ayant une épaisseur de

l'ordre de 150 μm . Une telle épaisseur est très suffisante pour réaliser les essais d'usure abrasive et érosive pour de longues durées.

Pour l'étude de la cinétique de croissance des couches borurées, des traitements de boruration à des températures entre 800 et 1050 $^{\circ}\text{C}$ pour des durées de 0,5, 1, 2, 4 et 8 heures ont été effectués sur des échantillons en acier XC38 avec la poudre utilisée. Les températures et les durées de maintien des traitements de boruration réalisés pour l'étude de la cinétique de croissance sont rassemblées dans le tableau 3.2.

Tableau 3.2 : Températures et durées de maintien des traitements de boruration réalisés pour l'étude de la cinétique de croissance.

Température de boruration ($^{\circ}\text{C}$)	Durées de maintien (Heure)				
	0,5	1	2	4	8
800	✓	✓	✓	✓	✓
850	✓	✓	✓	✓	✓
900	✓	✓	✓	✓	✓
950	✓	✓	✓	✓	✓
1000	✓	✓	✓	✓	✓
1050	✓	✓	✓	✓	✓

Après boruration, les échantillons sont laissés se refroidir à l'air calme, tout en conservant le creuset fermé. Après refroidissement les échantillons sont tirés du creuset et nettoyés. Il faut signaler que le nettoyage des échantillons n'a présenté aucune difficulté.

3.2 Caractérisation chimique et microstructurale des échantillons borurés

3.2.1 Diffraction des Rayons X

L'identification des borures formées sur la surface des échantillons traités a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre « PHILIPS – X'Pert Pro- MPD ». La raie $K_{\alpha 1}$ du Cobalt ($\lambda_{K_{\alpha 1}}(\text{Co}) = 0,17902 \text{ nm}$) a été utilisée comme source pour la production des rayons X.

Le diffractomètre utilisé permet une caractérisation qualitative et quantitative des matériaux cristallins à l'aide d'un dispositif (thêta – deux thêta). L'identification des phases présentes et la détermination de leurs proportions relatives ont été faites à l'aide du logiciel et de la base de données qui sont associés à l'équipement.

3.2.2 Microscopie Optique

Après boruration, les échantillons sont tronçonnés dans les deux sens (transversal et longitudinal), de telle sorte que les sections exposées permettent de contrôler l'épaisseur de la couche borurée formée dans toutes les directions. Un enrobage à chaud avec une résine assez dure est utilisé pour faciliter la préparation métallographique. Les échantillons enrobés sont en suite polis avec du papier en carbure de silicium jusqu'à la granulométrie 1000, puis polis sur un tissu en velours avec la pâte diamantée jusqu'à une granulométrie de 1 μm .

A l'aide d'un microscope optique, les borures FeB et Fe₂B peuvent être identifiés et distingués l'un de l'autre ; FeB a une coloration légèrement plus foncée que Fe₂B. L'utilisation du Nital à 4% comme réactif d'attaque permet une nette distinction entre la couche borurée et le substrat.

Toutes les observations métallographiques effectuées dans ce travail ont été faites à l'aide d'un microscope optique de type LIECA DMLM équipé d'un dispositif permettant la prise de photos.

3.2.3 Microscopie Electronique à Balayage

Un microscope électronique à balayage complètement piloté par ordinateur de marque Cambridge a été utilisé pour obtenir des images modulées par électrons rétrodiffusés pour le contraste des phases en fonction du numéro atomique ou par électrons secondaires pour le contraste topographique.

3.2.4 Mesure de l'épaisseur des couches borurées

La forme aciculaire des couches borurées formées sur les aciers traités a rendu difficile l'estimation exacte de la mesure de leur épaisseur. Pour dépasser ce problème, certaines méthodes sont proposées :

1. La première méthode proposée par Kunst [10], consiste à mesurer sur un microscope optique ou à balayage les longueurs des deux aiguilles les plus profondes et celles des deux aiguilles les moins profondes et de prendre la longueur moyenne de ces quatre aiguilles comme une valeur moyenne de l'épaisseur de la couche borurée à cet endroit (Figure 3.3 a). L'opération est effectuée dans trois endroits différents, et la valeur **moyenne des trois**

mesures est considérée comme épaisseur de la couche borurée de l'échantillon.

2. La deuxième méthode consiste à considérer les limites des deux aiguilles la plus profonde et la moins profonde d'un côté, et des débuts des deux aiguilles la plus profonde et la moins profonde d'un autre côté ; et de représenter le tout dans un graphe qui montre les débuts et les limites des couches borurées (Figure 3.3 b)
3. La troisième méthode considère que la zone où se trouvent les borocarbures et la solution solide du bore dans le fer appartient à la couche globale appelée couche extérieure et qui est bien distincte du matériau de base.

L'épaisseur de la couche borurée proprement dite est considérée comme étant la distance prise depuis la surface de l'échantillon jusqu'à une ligne de référence déterminée de sorte que la somme des aires des aiguilles se trouvant au dessus soient égale à la somme des aires des aiguilles se trouvant au dessous (Figure 2.3 c)

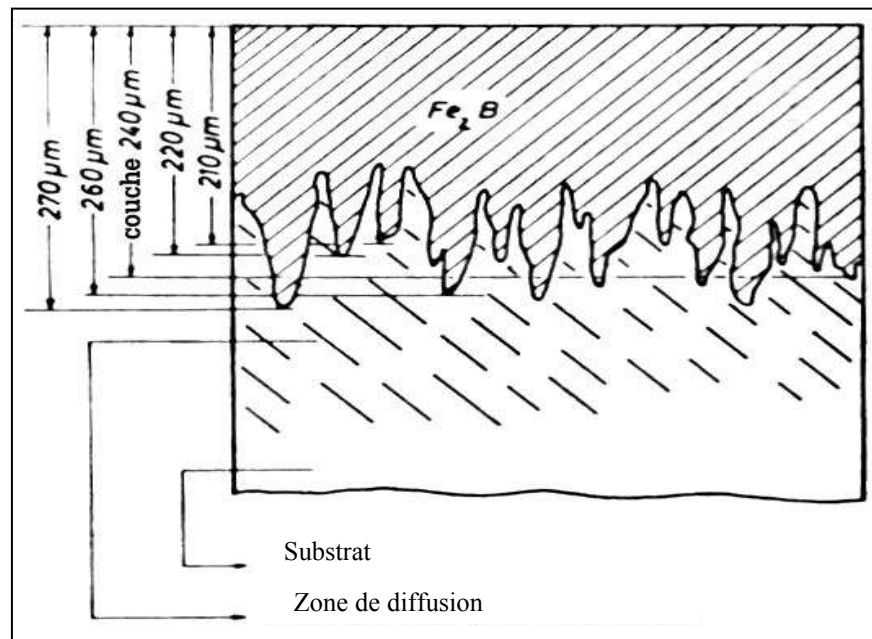


Figure 3.3 a : La première méthode de mesure de l'épaisseur de la couche borurée.

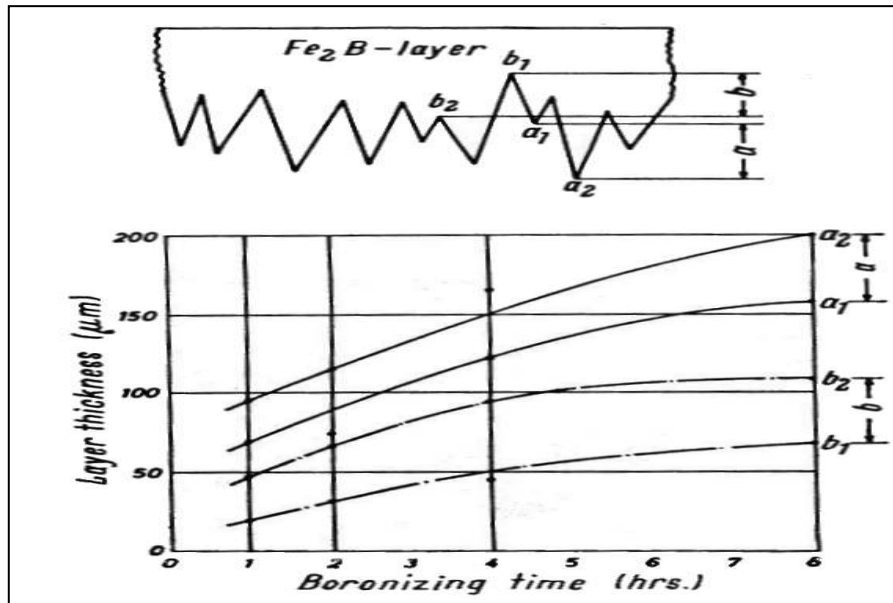


Figure 3.3 b : La deuxième méthode de mesure de l'épaisseur de la couche borurée

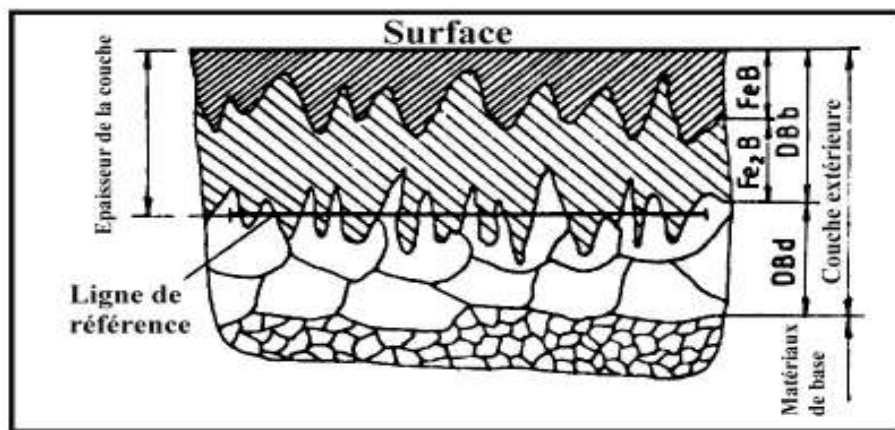


Figure 3.3 c : La troisième méthode de mesure de l'épaisseur des couches borurées

Dans ce travail, nous avons adopté le principe de la première méthode ; et pour plus de précision nous avons considéré les cinq aiguilles les moins profondes et les cinq aiguilles les plus profondes. Ces mesures sont répétées à trois, quatre ou cinq endroits différents, leur valeur moyenne étant prise comme valeur de l'épaisseur de la couche borurée.

Pour l'étude de la cinétique de croissance des couches borurées formées sur l'acier XC38 étudié, en plus de la mesure de l'épaisseur de la couche de borure formée, nous avons considéré le gain de masse enregistré sur les échantillons traités.

3.3 Caractérisation mécanique des échantillons borurés

3.3.1 Essais de microdureté

La grande fragilité des couches borurées impose l'emploi de faibles charges dans la mesure de la microdureté de ces couches sans les détruire. Les microduretés Vickers

mesurées dans ce travail ont été effectuées en utilisant des charges comprises entre 10 et 50 g pour les couches borurées et les zones qui leur sont sous-jacentes et une charge de 1 kg pour le substrat.

Le microduromètre utilisé est du type VH2 de la marque Mutotoyu qui permet de lire directement la valeur de microdureté sur un écran LCD. La charge maximale appliquée peut atteindre jusqu'à 2000 g.

3.3.2 Essai d'usure abrasive « pion-disque »

L'essai d'usure « pion-disque » évalue la résistance à l'usure abrasive des échantillons traités sous des conditions de faible charge relativement. Les essais ont été effectués dans l'atmosphère ambiante sans lubrification (humidité relative = 25-30 %, température moyenne = 25-28 °C).

Dans le dispositif d'usure utilisé, nous avons considéré les échantillons borurés comme pion. Le disque sur lequel s'effectue le mouvement de translation est constitué d'un papier abrasif en carbure de silicium avec différentes granulométries.

Le pion utilisé a une forme cylindrique avec un diamètre de 4 mm. Le dispositif de maintien des échantillons est un bras de 340 mm de longueur muni d'un porte échantillon placé à 85 mm du point d'application de la charge.

La figure 3.4 montre la forme et les dimensions du pion utilisé ainsi que le dispositif utilisé pour le maintien des échantillons.

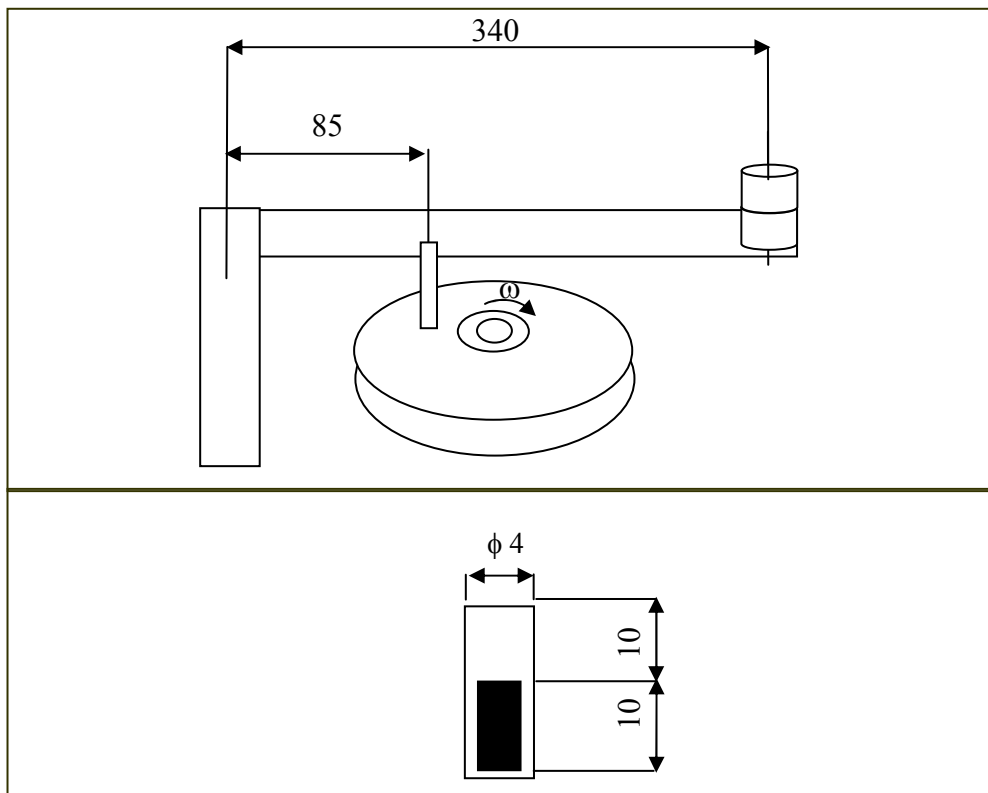


Figure 3-4 : La forme et les dimensions du pion utilisé ainsi que le dispositif utilisé pour le maintien des échantillons.

Les différents paramètres qui ont été étudiés durant les essais d'usure sont : la granulométrie du papier abrasif, la vitesse de rotation du pion sur le papier abrasif et la charge appliquée sur le pion.

Le dispositif utilisé pour les essais d'usure abrasive « pion-disque » est présenté dans la figure 3.5.



Figure 3.5 : Tribomètre utilisé pour les essais d'usure abrasive « pion-disque ».

3.3.2.1. Influence de la granulométrie du papier abrasif

La taille des particules abrasives est un paramètre très important pour l'étude de la résistance à l'usure abrasive. Dans cette étude, nous avons travaillé avec cinq (05) différentes granulométries d'un papier abrasif de marque «Struers». Les granulométries utilisées sont : 80, 400, 600, 800 et 1200.

Bien sur le reste des paramètres a été maintenu constant durant ces essais pour pouvoir comparer les résultats. Les paramètres opératoires considérés durant ces essais sont donnés dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3 : Paramètres opératoires lors de l'étude de l'influence de la granulométrie du papier abrasif sur le taux d'usure.

Vitesse de rotation (tours/min)	100 *
Charge appliquée (N)	16
Durée d'essai (min)	5
Distance parcourue (m)	64,37

* : Cette vitesse de rotation correspond à une vitesse de glissement de 0,215 m/s.

3.3.2.2 Influence de la vitesse de rotation

La vitesse de rotation qui a une relation directe avec la vitesse de glissement a été prise en considération dans cette étude. Pour cette étude, nous avons opté pour l'utilisation de la granulométrie 400. Le choix de cette granulométrie a été fait sur la base de l'étude bibliographique.

Le reste des paramètres opératoires de ces essais est le même que celui décrit dans le tableau 3.3 avec un papier abrasif de granulométrie 400. Les vitesses de rotation utilisées et les vitesses de glissement correspondantes ainsi que la distance parcourue dans chaque cas sont données dans le tableau 3.4.

Tableau 3.4 : Vitesses de rotation utilisées, vitesses de glissement correspondantes et les distances parcourues.

Vitesse de rotation (tours/min)	Vitesse de glissement (m/s)	Distance parcourue (m)
10	0,0215	6,44
20	0,0430	12,87
40	0,0860	25,75
80	0,1715	51,50
100	0,2145	64,37

3.3.2.3 Influence de la charge appliquée

Après une série d'essais sur des papiers ayant différentes granulométries, nous avons constaté que pour les petites charges, les papiers de faibles granulométries conduisent à la détérioration complète du papier abrasif juste au début de l'essai.

C'est pourquoi nous avons décidé d'effectuer tous les essais avec un papier ayant une granulométrie 400.

Les charges appliquées utilisés dans ce travail sont : 4, 8, 12, 16 et 20 N. Le reste des paramètres a été maintenu constant durant ces essais pour pouvoir comparer les résultats.

Les paramètres opératoires considérés durant ces essais sont donnés dans le tableau 3.5.

Tableau 3.5 : Paramètres opératoires lors de l'étude de l'influence de la charge appliquée sur le taux d'usure.

Vitesse de rotation (tours/min)	100 *
Granulométrie du papier abrasif	400
Durée d'essai (min)	5
Distance parcourue (m)	64,37

* : Cette vitesse de rotation correspond à une vitesse de glissement de 0,215 m/s.

3.3.3 Essais d'usure érosive

Les essais d'usure érosive ont été effectués avec un dispositif qui a été conçu et réalisé sur place lors d'un projet de fin d'études d'ingénieur soutenu avec succès l'année précédent [55].

Le dispositif utilisé permet de contrôler l'angle d'impact des particules incidentes par l'orientation du porte échantillons, et la vitesse d'impact des particules par le contrôle de la pression de l'air comprimé qui joue le rôle du fluide porteur des particules solides dans notre cas.

Trois séries d'essais d'usure érosive ont été réalisées pour étudier les principaux paramètres sur l'effet des particules solides de sables sur les couches borurées obtenues sur l'acier étudié.

La figure 3.6 représente une schématisation du dispositif utilisé pour les essais d'usure érosive étudiés dans ce travail.



Figure 3.6 : Dispositif utilisé pour les essais d'usure érosive.

- 1- Réservoir des particules de sable.
- 2- Conduite pour le transport des particules de sable.
- 3- Porte échantillon orientable.
- 4- Bâti.
- 5- Compresseur.

3.3.3.1 Influence de la taille des particules érosives

Pour étudier de l'influence de la taille des particules érosives sur le taux d'usure enregistré sur les échantillons testés, quatre différentes classes granulométriques ont été sélectionnées pour effectuer les essais d'usure. Les quatre classes utilisées dans ce travail sont présentées dans le tableau 3.5.

Tableau 3.6 : Les classes granulométriques utilisées dans les essais d'usure érosive.

Classe granulométrique	Taille des particules (μm)
1	500-315
2	315-200
3	200-125
4	< 125

3.3.3.2 Influence de l'angle d'impact

Pour que notre étude soit complète, nous avons décidé de choisir des angles d'incidence de telle sorte que toutes les directions d'incidence possibles soient balayées. Le plus petit angle qu'on a pu considéré se trouve à environ 10° , car les essais effectués à

des angles d'incidences inférieures à cette valeur ont conduit à la dispersion des particules érosives qui n'arrivent pas à la surface testée. Bien sûr le plus grand angle d'incidence utilisé est à 90 °.

Les angles d'impact des particules d'usure utilisées dans ce travail sont : 10, 30, 60 et 90 °.

3.3.3.3 Influence de la vitesse d'impact

Le contrôle de la vitesse d'impact des particules à la surface des échantillons testés a été fait à travers le contrôle de la pression de l'air comprimé qui transporte les particules de sable. La vitesse la plus élevée a été limitée à 65 m/s, à cause de la non disponibilité d'un puissant compresseur qui peut fournir une très grande pression pour des durées prolongées.

Les vitesses d'impact des particules à la surface des échantillons testés considérées dans ce travail sont : 20, 35, 50 et 65 m/s.

Dans tous les essais d'usure érosive par des particules de sable, la durée d'essai a été maintenue constante à 5 minutes et ce pour assurer une quantité de particules de sables suffisante et pour pouvoir comparer les résultats.

3.3.4. Mesure de la vitesse d'impact des particules

La vitesse d'impact des particules de sable transportées par l'air comprimé a été mesurée expérimentalement à l'aide d'un appareil équipé d'un ventilateur et qui permet de mesurer la vitesse de vent qui circule à travers ce ventilateur en fonction de la pression du compresseur.

Pour limiter l'erreur sur les mesures de la vitesse d'impact des particules lors des essais d'usure érosive, nous avons pris trois mesures de la vitesse de vent, et nous avons considéré que la moyenne de ces trois mesures est la valeur de la vitesse d'impact des particules solides.

Les valeurs des pressions du compresseur (en bar) et les vitesses d'impact des particules solides correspondantes (en m/s) utilisées dans ce travail sont groupées dans le tableau 3.6.

Tableau 3.7 : Les pressions et les vitesses d'impact des particules correspondantes.

La pression (bar)	La vitesse des particules (m/s)
2	20
4	35
5	50
6	65

3.3 La pesée des échantillons

La méthode essentielle pour la quantification de l'usure abrasive « pion-disque » et l'usure érosive des échantillons testés est la mesure de la perte de masse enregistrée sur les différents échantillons en fonction des paramètres étudiés.

Vu que la perte de masse enregistrée sur les échantillons est généralement très faible, nous étions obligé d'utiliser une balance très sensible pour pouvoir quantifier l'usure dans le cas des petites pertes de masses.

La balance utilisée dans ce travail est une balance de précision de 0,1 mg avec une chambre de pesée vitrée de la marque avec les caractéristiques données dans le Tableau 3.8.

Tableau 3.8 : Les principales caractéristiques techniques de la balance utilisée pour les pesées de pertes de masses enregistrées lors des essais d'usure abrasive et érosive.

Etendue de pesage (g)	210
Précision de lecture (mg)	0,1
Sensibilité (mg)	0,1
Reproductibilité (\pm mg)	0,1
Fidélité des résultats (\pm mg)	0,05
Linéarité (\pm mg)	0,2

CHAPITRE 4 CARACTERISATION CHIMIQUE ET MICROSTRUCTURALE DES ECHANTILLONS BORUREES

4.1. Boruration des échantillons

Les traitements de boruration effectués sur les échantillons étudiés (acier XC18 et XC38) avec la poudre de boruration utilisée dans ce travail (90 % SiC ; 5 % B₄C et 5 % NaBF₄) ont tous permis d'obtenir des couches borurées même pour une durée de maintien de 30 minutes à 800°C.

Les couches de borures obtenues sont soit monophasées constituées d'un seul borure (Fe₂B) soit biphasées constituées des deux borures (Fe₂B + FeB) :

- Le borure FeB : est un composé chimique qui correspond à une concentration atomique en bore de 50 % et il n'est stable que sur une gamme de composition chimique extrêmement étroite. Ce borure est obtenu sur la surface externe des échantillons borurés et avec des proportions généralement très faibles, surtout pour les températures relativement élevées et les durées de maintien prolongées.
- Le borure Fe₂B : qui est un composé chimique formé entre le fer et le bore pour une concentration atomique en bore de 33,33 %. Ce borure se forme à l'intérieur de la surface vers l'interface couche - substrat sous le borure FeB lorsqu'il existe, et il forme avec le fer un eutectique à 1149 °C. Dans le cas des couches borurées biphasées, la proportion du borure Fe₂B représente la majeure partie de la couche formée sur les aciers traités.

La proportion du borure FeB dans les couches borurées produites est toujours faible et elle varie d'un échantillon à un autre en fonction des conditions du traitement de boruration que l'échantillon a subi.

A l'aide du microscope optique, on peut distinguer facilement la couche borurée du substrat par la différence de coloration et de contraste des différentes phases.

Sur les micrographies réalisées dans ce travail, la couche borurée est bien distinguée du reste de matériau par sa forme aciculaire orientée perpendiculairement à la surface des échantillons (Figure 4.1).



Figure 4.1: Couche borurée obtenue sur l'échantillon traité à partir d'une poudre constituée de 5 % B_4C , 5 % $NaBF_4$ et 90 % SiC et pour un traitement de 4 heures à 900 °C.

Les couches borurées ont été obtenues sur toute la surface des échantillons traités, même dans les endroits courbés qui présentent les bords des échantillons de forme hexagonale. Sur la figure 4.2, on constate clairement que la couche borurée obtenue couvre toute la surface de l'échantillon avec une épaisseur plus ou moins équivalente à travers toute la surface.



Figure 4.2: Couche borurée obtenue sur l'échantillon XC38 traité dans un bord arrondi (attaque Nital 4 %).

4.2 Nature et Morphologie des couches borurées

En fonction des conditions des traitements de boruration (température et durée de maintien), les couches borurées obtenues sur les deux aciers étudiés (XC18 et XC38) sont monophasées ou biphasées. En effet, plus la température est élevée et la durée de maintien est prolongée, plus la proportion du borure FeB est importante.

Donc, on peut dire que le choix entre une couche borurée monophasée constituée de l'unique borure Fe_2B ou une autre biphasée constituée des deux borures FeB et Fe_2B eut se faire en fonction des conditions opératoires.

4.3 Morphologie des couches borurées

Aucune différence n'a été enregistrée vis-à-vis la forme des couches borurées obtenues sur les deux aciers XC18 et XC38. Les couches de borures obtenues sur les deux aciers ont toujours une forme aciculaire avec des aiguilles qui ont une orientation perpendiculaire à la surface traitée.

La forme aciculaire des couches borurées formées sur les aciers présente un bon moyen d'accrochage de ces couches sur le substrat. Car les problèmes de décohésion aux interfaces revêtement-substrat fréquemment rencontrés dans les traitements de surface sont pratiquement absents dans ce cas.

L'examen par microscopie électronique à balayage en utilisant le contraste des électrons rétrodiffusés (Figure 4.3) montre bien la distinction entre les deux borures Fe_2B et FeB dans le cas d'une couche borurée biphasée. Le borure FeB apparaît plus sombre que le borure Fe_2B (numéro atomique moins important). Sur la même figure, on constate que la proportion du borure Fe_2B est de loin plus importante que celle du borure FeB.

Sur la même figure, on peut facilement faire la différence entre la couche borurée et le reste du matériau qui apparaît avec une coloration légèrement plus claire que celle du borure FeB.

Il faut signaler aussi que le borure FeB qui se trouve vers l'extérieur de la couche formée est caractérisé par sa forme aciculaire.

La nature de la couche borurée formée, sa morphologie ainsi que la proportion du borure FeB dans la couche formée, nous laissent dire que les couches borurées obtenues dans ce travail sont soit du type D soit du type E (paragraphe 2.5.2).

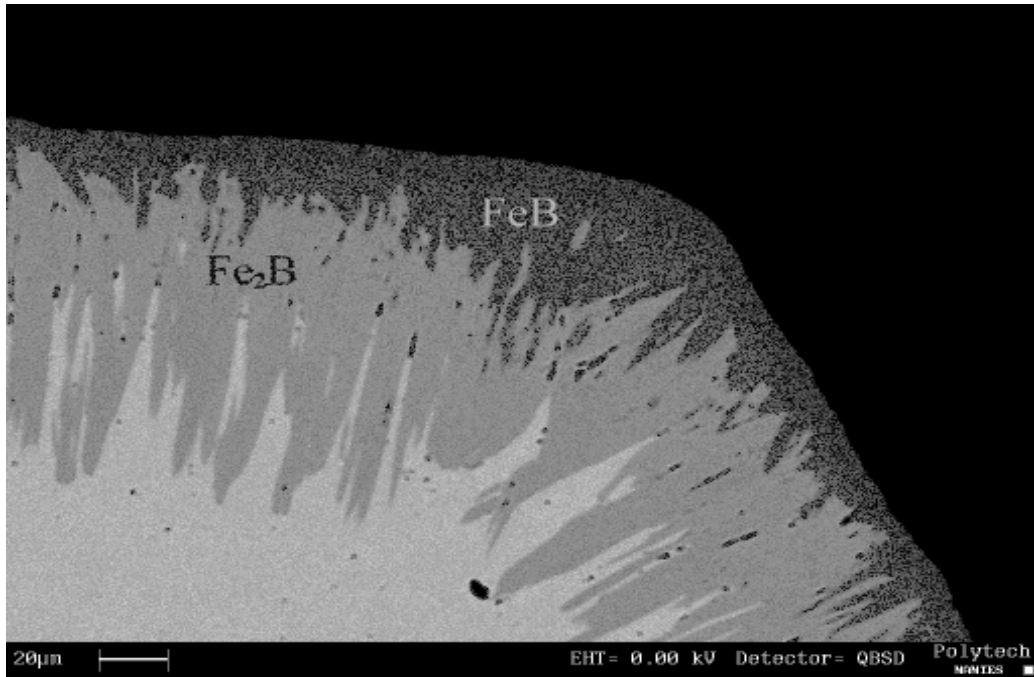


Figure 4.3: Couche borurée obtenue sur l'acier XC38 par microscopie électronique à balayage en électrons rétrodiffusés.

4.4 Identification des échantillons borurés par diffraction des rayons X

L'examen par diffractométrie des rayons X (Figure 4.4) sur un échantillon qui a subi un traitement de boruration de 4 heures à une température de 900 °C révèle que les couches borurées obtenues sont constituées des borures de fer connus (FeB et Fe₂B).

La figure 4.4 montre les diffractogrammes des rayons X de l'acier XC38 après boruration.

L'identification des principaux pics apparents sur la figure 4.4 à l'aide du logiciel fourni avec le diffractomètre utilisé et la base de données qui l'accompagne a permis de mettre en évidence les borures FeB et Fe₂B.

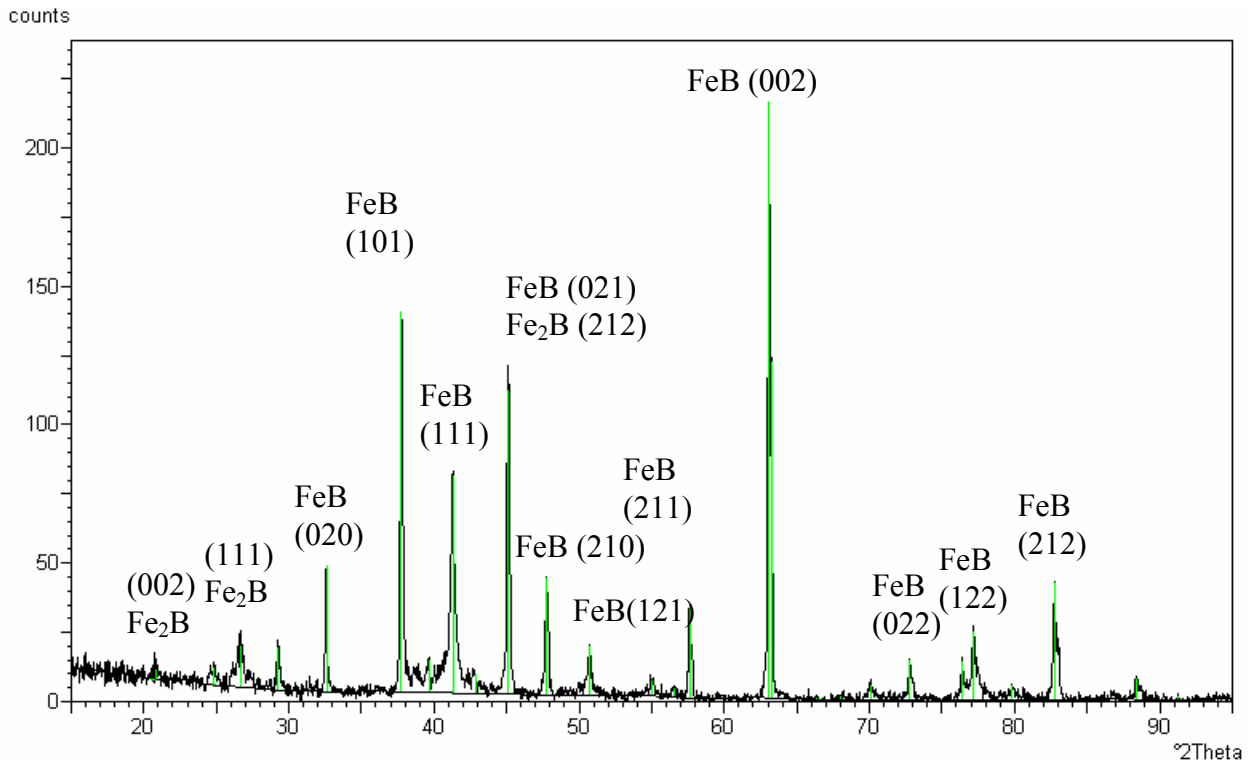


Figure 4.4: Diffractogramme des rayons X obtenu sur un acier XC38 boruré.

L'étude métallographique nous a aussi permis de constater que toutes les couches obtenues sur les différents échantillons traités sont constituées de trois zones distinctes à partir de la surface vers le cœur du substrat :

- La première zone : constituée de la couche borurée proprement dite. Cette couche est formée des borures FeB et Fe₂B.

Cette zone est étendue sur une épaisseur qui varie entre 25 et 300 μm en fonction de la température et de la durée de maintien pendant l'élaboration de la couche. La première zone correspond à la région la plus dure de la surface traitée.

- La deuxième zone : se trouve juste au dessous de la première zone avec une épaisseur de loin très importante par rapport à celle de la couche borurée. Son épaisseur peut atteindre dans certain cas plusieurs centaines de microns. Cette zone est souvent appelée « zone sous-jacente » et elle caractérisée par sa dureté qui est relativement élevée, ce qui assure un bon support pour la couche borurée très dure.

La zone sous-jacente est généralement constituée des solutions solides du fer et des éléments existants dans l'acier ainsi que des carbures des principaux éléments existants dans l'acier.

Sur la figure 4.5, cette zone apparaît avec une coloration légèrement sombre et elle est intermédiaire entre la couche borurée et le matériau de base.

- La troisième zone : se trouve au dessous de la zone sous-jacente et avec une coloration plus claire que celle de la zone sous-jacente et un peu plus sombre que celle de la couche borurée.

Cette zone représente le matériau de base ou le substrat. Sa composition chimique est généralement identique à celle de l'acier de base.

Sur la figure 4.5, cette zone apparaît avec coloration légèrement plus claire et qui représente une structure ferrito-perlitique caractéristique des aciers au carbone.

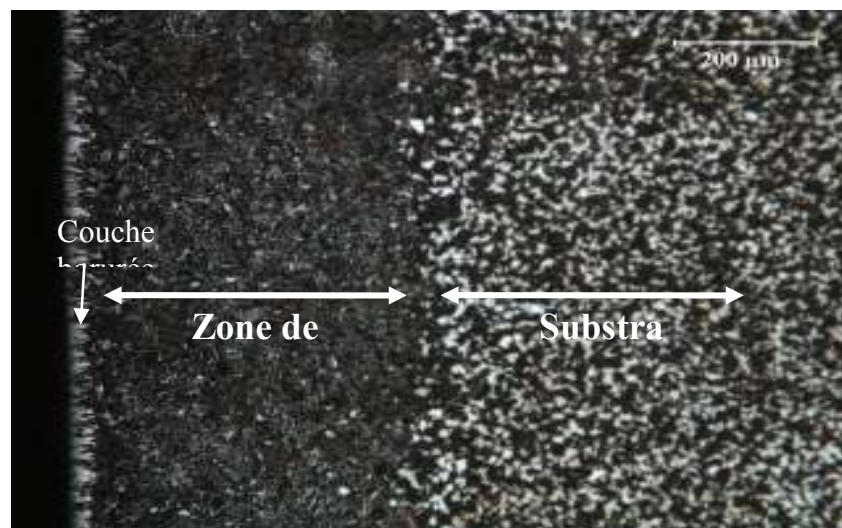


Figure 4.5 : Les différentes zones obtenues sur un acier XC38 après un traitement de boruration.

La présence de ces trois zones distinctes sur l'acier boruré nous laisse assimiler le matériau obtenu à un matériau composite multicouche constitué de trois régions complètement différentes. Chacune des régions joue un rôle bien déterminé dans le fonctionnement de l'acier.

Une telle configuration peut être très utile dans les applications où on a besoin d'une excellente dureté en surface avec une bonne résistance aux grandes sollicitations au cœur du matériau de base.

La formation d'une zone de transition de structure et de propriétés très différentes de celles de la couche borurée et du substrat (figure 4.5) est due à l'enrichissement en carbone de la zone en dessous de la couche borurée.

Selon la littérature [18], en se déplaçant vers l'intérieur du substrat, la concentration en carbone de la zone de transition diminue progressivement jusqu'à atteindre la valeur initiale de l'acier.

La valeur initiale de la concentration de carbone de l'acier n'est atteinte qu'à plusieurs centaines de microns de la couche borurée. L'importance de la profondeur de la zone de transition est expliquée par la vitesse de diffusion de carbone dans l'acier qui est plus importante que la vitesse de croissance des couches borurées [18].

4.5 Cinétique de croissance des couches borurées

Pour l'étude de la cinétique de croissance des couches borurées obtenues sur l'acier XC38 à partir d'une poudre de boruration constituée de 5 % B_4C , 5 % $NaBF_4$ et 90 % SiC , nous avons effectué des séries de traitements de boruration avec des températures comprises entre 800 °C et 1050 °C pour des durées de maintien variables de 0,5 heure jusqu'à 8 heures sur un acier XC38.

Les résultats obtenus en fonction des différentes températures de boruration et la durée de maintien à ces températures ont été discutés en fonction de la nature de la couche borurée (couche monophasée ou biphasée) et son épaisseur.

Les résultats obtenus ont montré que pour les température comprises entre 800 et 900 °C, la couche borurée formée sur l'acier XC38 est pratiquement constituée du seul borure Fe_2B . Toutefois, il faut signaler la présence du borure FeB dans certains cas (maintien jusqu'à 8 heures), mais avec de très faibles proportions.

La quantification de la croissance des couches de borures obtenues sur l'acier XC38 en fonction de la température et de la durée de boruration a été faite sur la base des mesures de l'épaisseur de la couche formée après chaque traitement sans faire de différence entre les borures FeB et Fe_2B , c'est à dire uniquement en fonction de l'épaisseur totale uniquement.

La figure 4.6 représente les variations de l'épaisseur totale de la couche borurée formée sur l'acier XC38 en fonction de la température et de la durée de traitement de boruration.

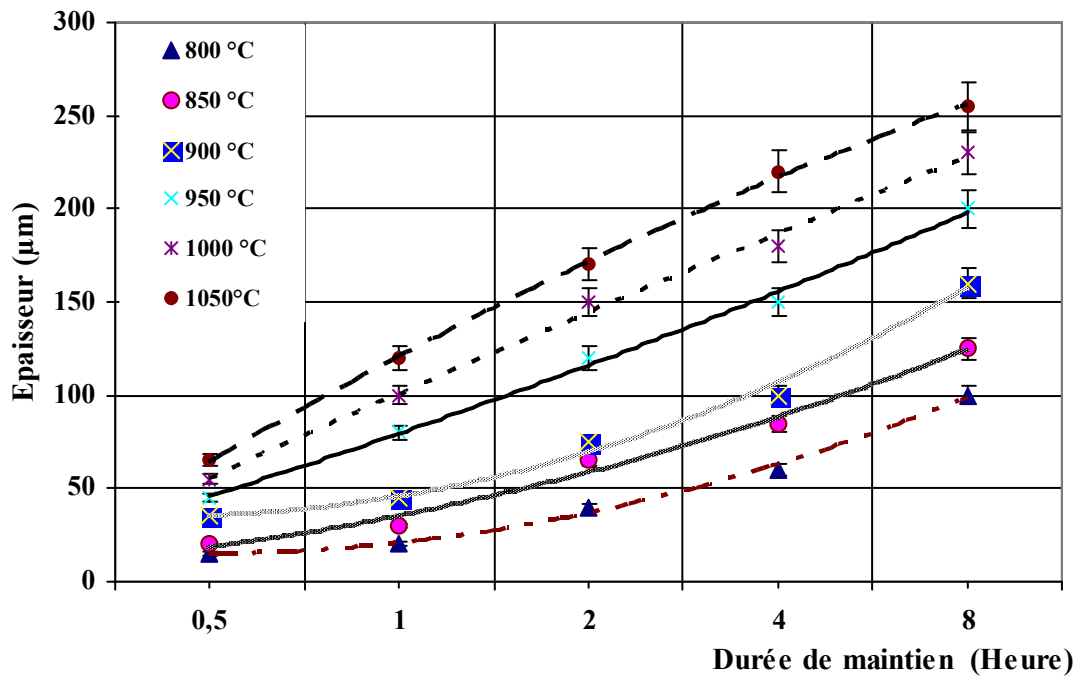


Figure 4.6 : Variation de l'épaisseur des couches borurées en fonction de la température et la durée de boruration.

La représentation graphique de la figure 4.6 montre l'évolution de l'épaisseur de la couche borurée en fonction de la température et la durée de maintien dans la poudre de boruration.

En assumant que la diffusion des atomes de bore est unidirectionnelle dans le substrat et que la croissance de la couche de borure formée obéit à une loi parabolique dans le domaine de température compris entre 800 et 1050°C, on peut exprimer la variation de l'épaisseur de la couche borurée en fonction du temps par :

$$d^2 = D \cdot t \quad (4.1)$$

où d est l'épaisseur de la couche borurée formée exprimée en (cm), le temps de traitement en (seconde) et D est la constante de la vitesse de croissance des couches borurées.

Vu que la croissance des couches borurée formées sur l'acier XC38 est gouvernée par la diffusion des atomes de bore dans la couche borurée, le relation entre la constante de la vitesse de croissance (D), l'énergie d'activation (Q) et la température (T) en degré Kelvin suit une fonction d'Arrhenius du type :

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (4.2)$$

Où D_0 est la constante pré-exponentielle et R est la constante des gaz.

En traçant les courbes $\ln(D)$ en fonction de $1/T$ pour une durée de maintien donnée, les valeurs de D_0 et de Q peuvent être déterminées.

La figure 4.7 représente la variation de $\ln(D)$ en fonction de $1/T$ de la couche borurée formée sur l'acier XC38 pour une durée de 4 heures à différentes températures.

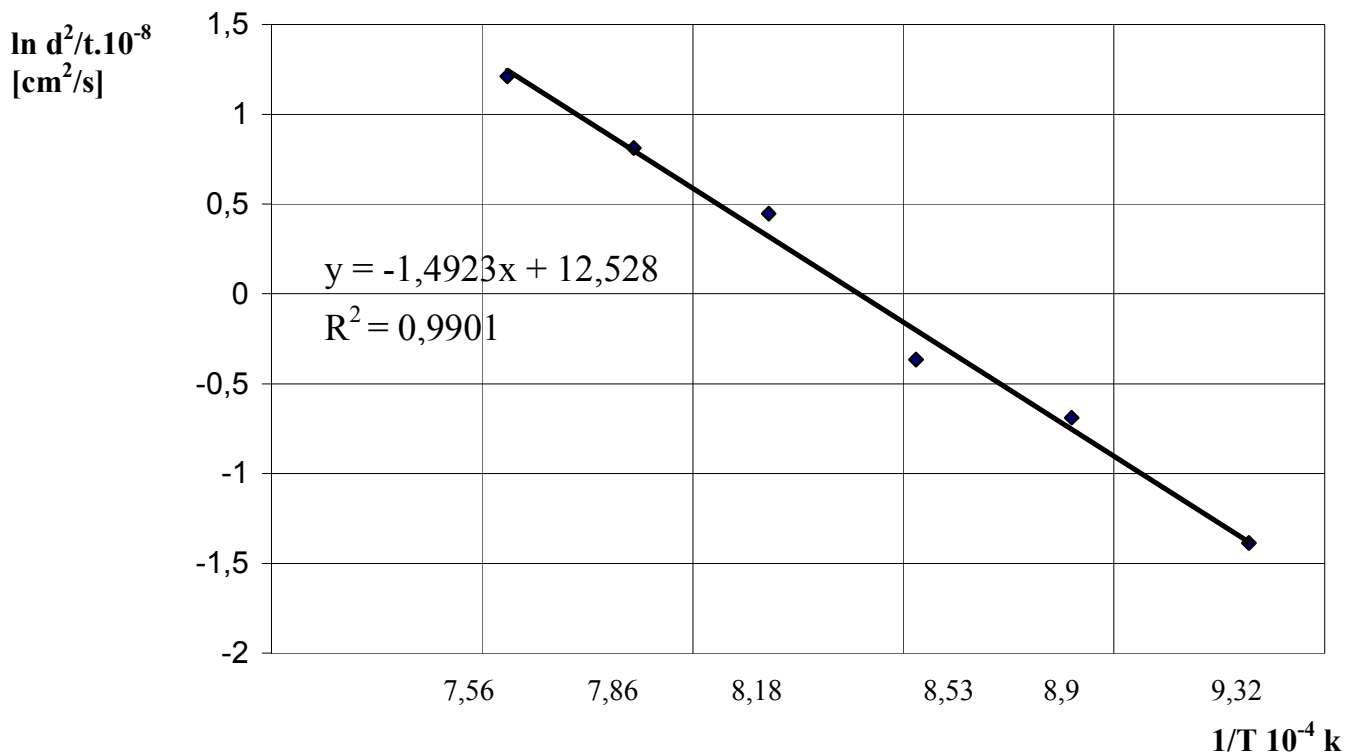


Figure 4.7 : Variation de $\ln(D)$ en fonction de $1/T$ de la couche borurée pour les différentes températures avec une durée de maintien de 8 heures.

La courbe de tendance des points représentatifs de $\ln(D)$ en fonction de $1/T$ est une droite donnée par l'équation :

$$y = -1,4923x + 12,528$$

avec un coefficient de détermination $R^2 = 0,9901$

La pente de la droite représentée dans la figure 4.7 correspond à la valeur de $\frac{Q}{R}$ ce qui nous permet de trouver la valeur de Q qui n'est rien d'autre que l'énergie d'activation pour la diffusion du bore :

$$\frac{Q}{R} = 1,4923 \times 10^4$$

$$\text{d'où } Q = 124,01 \text{ kJ mol}^{-1}$$

La valeur de l'énergie d'activation trouvée par cette méthode est relativement inférieure à celles trouvées par Matiašovský et al. [56], qui ont trouvé des valeurs de Q comprises entre 156.92 et 175.51 kJ mol⁻¹ en fonction de la composition chimique de l'acier boruré.

Cette valeur de l'énergie d'activation déterminée, est très supérieure aux énergies d'activation du bore dans le fer α et le fer γ , et qui sont respectivement de 62.7 et 81.51 kJ mol⁻¹. La valeur élevée de l'énergie d'activation dans les aciers par rapport au fer α et au fer γ a été expliquée par l'effet de la composition chimique du substrat qui contient d'autres éléments qui peuvent retarder la vitesse de croissance pendant la formation de la couche borurée.

Une deuxième quantification de la croissance des couches borurées obtenues en fonction de la température et de la durée de boruration a été faite sur la base de la mesure des gains de masse enregistrés par unité de surface sur les échantillons traités.

Les valeurs de la différence de masse des échantillons avant et après boruration en fonction de la température et des durées de traitement de boruration sont rassemblées dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1 : Variation de la masse des échantillons borurés en fonction de la température et la durée de traitement.

Température de boruration (°C)	Durée de boruration (Heures)	Gain de masse enregistré sur les échantillons borurés (mg/cm ²)
800 °C	0,5	0,836
	1	1,857
	2	2,988
	4	3,694
	8	5,682
850 °C	0,5	1,149
	1	2,001
	2	3,599
	4	4,330
	8	6,353
900 °C	0,5	2,075
	1	2,229
	2	3,800
	4	5,265
	8	7,291
950 °C	0,5	2,539
	1	3,776
	2	8,680
	4	9,720
	8	15,412
1000 °C	0,5	3,212
	1	6,269
	2	8,979
	4	11,939
	8	19,677
1050 °C	0,5	5,231
	1	6,820
	2	10,000
	4	15,390
	8	20,775

Sur la base des observations en microscopie optique réalisées sur les différents échantillons, nous avons constaté qu'en fonction de la proportion du borure FeB dans la couche formée, les échantillons peuvent être classés en deux catégories :

- Une première catégorie qui comprend les échantillons borurés qui ne contiennent pas le borure FeB ou ceux dont la proportion du borure FeB est faible de telle sorte qu'elle peut être négligée.

- Une deuxième catégorie qui comprend les échantillons borurés dont la proportion du borure FeB est relativement épaisse.

La représentation graphique des gains de masse enregistrés sur les échantillons des deux catégories est donnée dans les figures 4.8 et 4.9

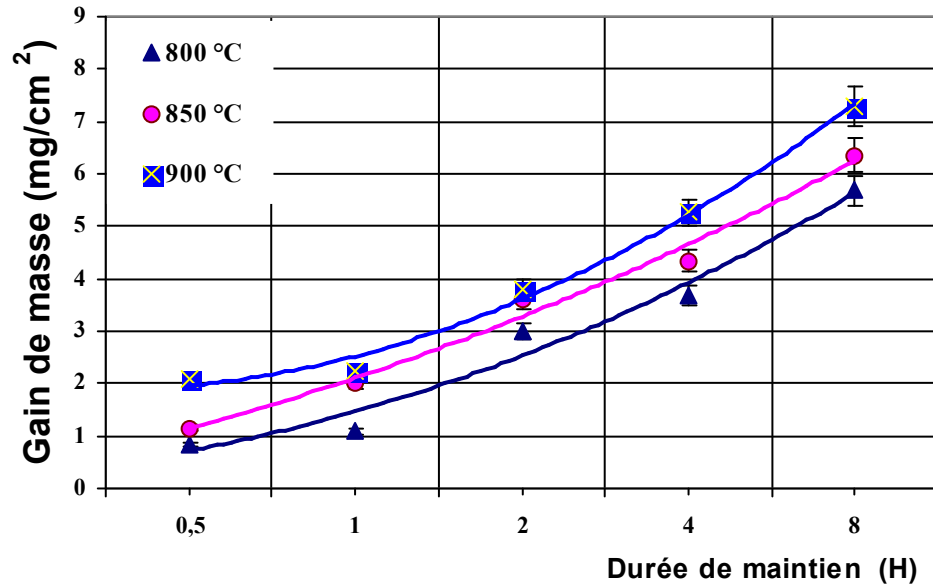


Figure 4.8 : Gain de masse enregistré sur les échantillons borurés dans des températures comprises entre 800 et 900 °C.

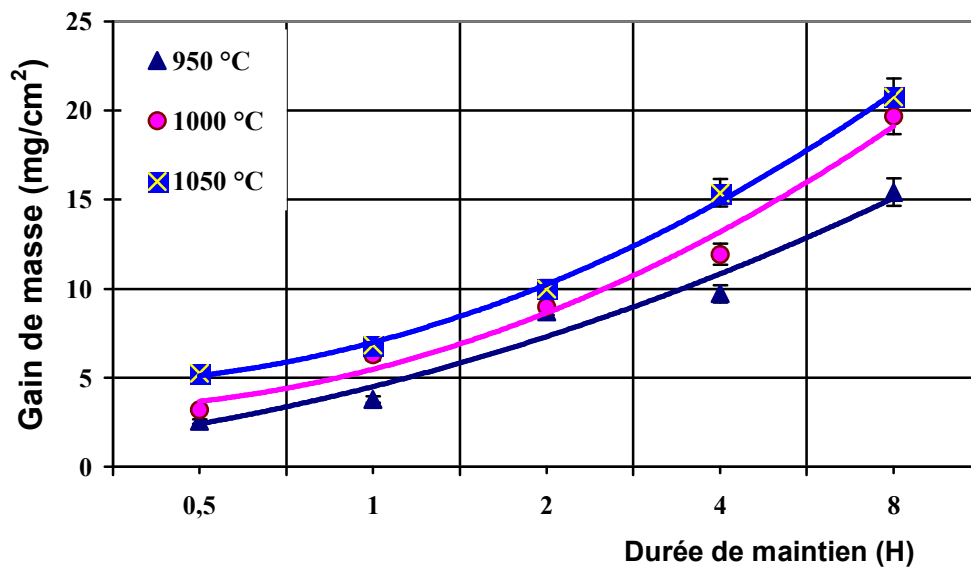


Figure 4.9 : Gain de masse enregistré sur les échantillons borurés dans des températures comprises entre 950 et 1050 °C.

D'après les figures 4.8 et 4.9, on peut constater que les courbes de la variation des gains de masse en fonction des durées de maintien dans la poudre de boruration, pour différentes températures, n'ont pas une allure bien spécifiée.

Pour pouvoir exploiter les résultats obtenus sous forme de gains de masse sur les différents échantillons traités, nous avons jugé indispensables de transformer les résultats obtenus en gains de masse à des résultats en épaisseurs des couches borurées formées sur l'acier XC38.

Vu que les traitements de boruration, effectués dans les températures comprises entre 800 et 900 °C appartiennent tous à la première catégorie et les couches borurées formées peuvent être considérées comme des couches monophasées constituées du borure Fe_2B , et pour ne pas introduire un autre facteur qui prend en compte la proportion des deux borures ($\frac{FeB}{Fe_2B}$), nous avons décidé de se limiter à l'exploitation des résultats obtenus

dans la première catégorie en se basant sur les suppositions suivantes :

1. La couche formée dans ce domaine n'est constituée que d'une phase unique qui est le borure Fe_2B .
2. Le gain de masse enregistré sur les différents échantillons borurés n'est rien d'autre que le bore qui a diffusé à travers la surface des échantillons traités.
3. Tout le bore qui diffuse à travers la surface des échantillons participe à la formation du borure Fe_2B . Cette supposition est très valable, surtout lorsqu'on sait que la solubilité du bore dans le fer est très limitée, et qu'elle ne dépasse pas dans les meilleurs conditions 210 ppm à 1149 °C.
4. Le borure Fe_2B qui se forme à la surface des échantillons est présenté sous forme d'une couche uniforme, homogène et compacte.
5. La masse volumique du borure Fe_2B est homogène à travers tout le volume de la couche borurée formée, et sa valeur est égale à 7,43.

Sur la base des suppositions sus-dessus, nous pouvons développer le calcul suivant :

$$\rho_{Fe_2B} = \frac{M_{Fe_2B}}{V_{Fe_2B}} \text{ (g/cm}^3\text{)} \quad (4.3)$$

Vu que la concentration en masse du bore dans le borure Fe_2B est connue et est égale à 8,83 %, nous pouvons donc facilement déterminer la masse totale du borure Fe_2B formé et qui est donnée par la relation :

$$M_{Fe_2B} = \Delta m \cdot \frac{100}{8,83} \text{ (g)} \quad (4.4)$$

où Δm est le gain de masse enregistré sur l'échantillon boruré.

Une fois, la masse totale du borure Fe₂B est obtenue, on peut calculer le volume total du borure formé sur les échantillons traités par la relation :

$$V_{\text{Fe}_2\text{B}} = \frac{\Delta m \frac{100}{8.83}}{\rho_{\text{Fe}_2\text{B}}} \text{ (cm}^3\text{)} \quad (4.5)$$

et comme nous avons supposé que la couche borurée sur les échantillons traités est uniforme, nous pouvons calculer l'épaisseur de la couche borurée en divisant le volume total du borure Fe₂B obtenu suite à la relation (4.3) sur la surface totale de l'échantillon boruré (relation 4.6).

$$e_{\text{calculée}} = \frac{V_{\text{Fe}_2\text{B}}}{S_{\text{échantillon}}} \text{ (cm)} \quad (4.6)$$

Les résultats des épaisseurs calculées obtenus en utilisant la relation (4.4) sont donnés dans le tableau 4.2 en μm .

Tableau 4.2 : Valeurs des épaisseurs calculées selon l'équation 4.6, en fonction de la température et la durée de traitement.

Température de boruration (°C)	Durée de boruration (Heures)	Epaisseur calculée de la couche borurée (μm)
800 °C	0,5	12,75
	1	16,54
	2	45,55
	4	56,30
	8	86,61
850 °C	0,5	17,51
	1	30,49
	2	54,86
	4	66,14
	8	96,83
900 °C	0,5	31,63
	1	33,98
	2	57,92
	4	80,26
	8	111,59

Sur la base des valeurs obtenues dans le tableau 4.2, nous avons tracé les courbes de la variation de l'épaisseur calculée des couches borurées en fonction de la température et la racine carrée de la durée de maintien.

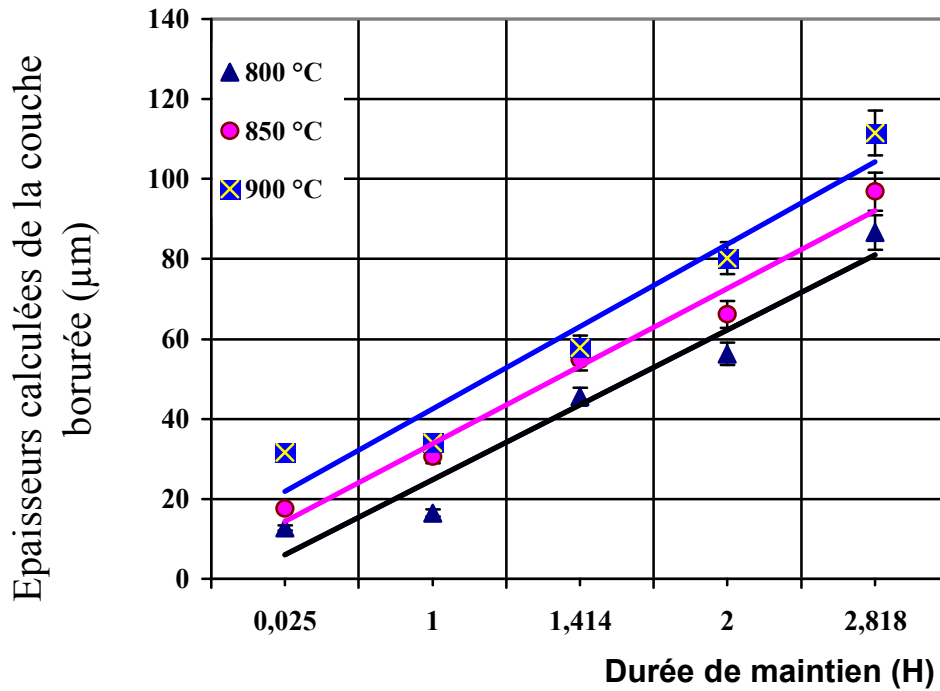


Figure 4.10 : Variation de l'épaisseur calculée des couches borurées pour les températures comprises entre 800 et 900 °C.

La figure 4.10 montre la variation de l'épaisseur calculée des couches borurées en fonction de la racine carrée du temps (\sqrt{t}), pour les différentes températures considérées.

Suite à ces résultats, on peut considérer que la croissance des couches borurées réalisées sur l'acier XC38 obéit à une loi en \sqrt{t} dans le domaine de température compris entre 800 et 900 °C.

Donc, on peut écrire :

$$e_{\text{calculée}} [\mu\text{m}] = k \cdot \sqrt{D t} \quad (4.7)$$

Où k est une constante de proportionnalité qui caractérise la croissance de la couche borurée formée et D une grandeur homogène à un coefficient de diffusion exprimé en ($\mu\text{m}^2/\text{h}$).

Donc, on peut considérer D comme un coefficient apparent du bore dans la couche formée. En supposant que ce coefficient D obéit à une loi d'Arrhenius de la de l'équation (4.2)

Si les suppositions et les considérations prises précédemment ne sont pas fausses, la représentation graphique de l'équation $\ln \left\{ \frac{e^2}{t} \right\} = \ln k^2 D_0 - \frac{Q}{RT}$ permet donc de déterminer les valeurs de $k^2 D_0$ et Q .

La figure 4.11 représente graphiquement la variation, avec l'inverse de la température, du logarithme du quotient de l'épaisseur de la couche borurée au carré par le temps.

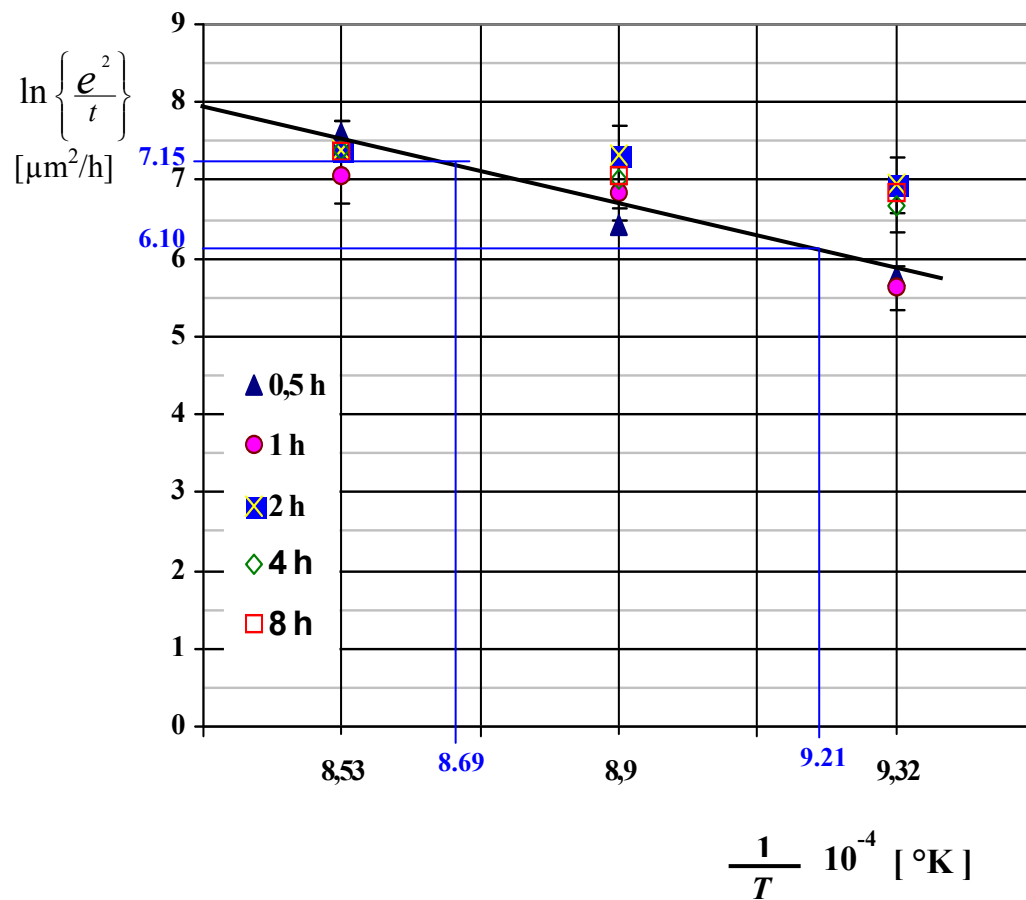


Figure 4.11 : Variation de l'épaisseur calculée des couches borurées pour les températures comprises entre 800 et 900 °C.

La pente de la droite représentée dans la figure 3.6 nous donne la valeur de $\frac{Q}{R}$ ce qui nous permet de trouver la valeur de Q qui correspond, dans ce cas, à l'énergie d'activation pour la diffusion du bore.

D'après la figure 3.6, on a :

$$\text{tg } \alpha = - \frac{Q}{R} = \frac{7.15 - 6.10}{8.69 - 9.21} \cdot 10^4 = \frac{1.05}{-0.52} \cdot 10^4 = -2.019 \cdot 10^4$$

d'où $Q = 167,79 \text{ kJ mol}^{-1}$

La valeur de l'énergie d'activation déterminée par la deuxième méthode est très proche des valeurs de l'énergie d'activation trouvées par d'autres chercheurs.

Le tableau 4.3 regroupe les valeurs des énergies d'activation trouvées dans ce travail et celles trouvées par d'autres chercheurs.

Tableau 4.3 : Valeurs des énergies d'activation trouvées dans ce travail et celles trouvées par d'autres chercheurs.

Q (kJ mol ⁻¹)	Référence
156	[57]
176	[35]
223-234	[58]
156.92 - 175.51	[56]
167.79	Ce travail (gain de masse)
123.02	Ce travail (mesure de l'épaisseur)

CHAPITRE 5

CARACTERISATION MECANIQUE ET RESISTANCE A L'USURE

5.1 Microduretés des couches borurées

Les microduretés mesurées sur les échantillons borurés varient énormément avec l'emplacement, ce qui nous a conduit à diviser l'échantillon en quatre différentes zones (le borure FeB, le borure Fe₂B, la zone sous-jacente au borure Fe₂B et enfin le substrat).

Les mesures de microdureté ont été effectuées dans les différentes zones des échantillons borurés (la couche borurée, la zone sous-jacente à la couche borurée et le substrat). Les mesures de microdureté des phases ont été prises dans la section transversale des échantillons, alors que la microdureté de la surface des échantillons destinés aux essais d'usure érosive a été faite sur la surface même des échantillons.

A cause de la faible épaisseur du borure externe FeB, la microdureté de cette couche n'a pu être effectuée.

Les microduretés obtenues pour les différentes zones des échantillons borurés sont données dans les tableaux 5.1 et 5.2.

Tableau 5.1: Valeurs des microduretés obtenues dans les différentes zones de l'acier XC18 après boruration.

Zone	Valeur de Microdureté (HV) *
La surface de l'échantillon (FeB)	2120
Le borure Fe ₂ B	1815
La zone sous-jacente à Fe ₂ B	520
Le substrat	160
L'acier XC18 après trempe	620

Tableau 5.2: Valeurs des microduretés obtenues dans les différentes zones de l'acier XC38 après boruration.

Zone	Valeur de Microdureté (HV) *
La surface de l'échantillon (FeB)	2130
Le borure Fe ₂ B	1820
La zone sous-jacente à Fe ₂ B	680
Le substrat	218
L'acier XC38 après trempe	730

* : Les valeurs de microduretés présentées dans le tableau correspondent aux valeurs minimales maximales mesurées pour chaque zone.

La figure 5.1 représente une micrographie des empreintes de microduretés enregistrées sur la couche borurée et sur le substrat.

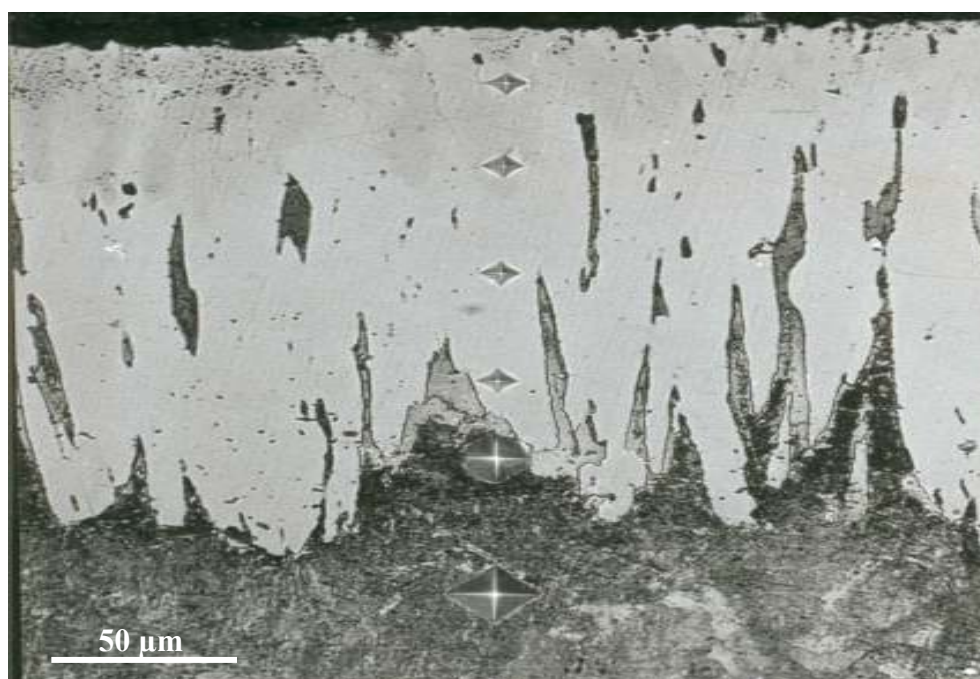


Figure 5.1: Filiation de microdureté Vickers sur un échantillon en acier XC38 a partir de la couche borurée jusqu'au substrat.

Les valeurs des microduretés obtenues sur les deux aciers XC18 et XC38 dans ce travail, nous laisse signaler les remarques suivantes :

- La composition chimique des deux aciers XC18 et XC38 n'a aucune influence sur les microduretés enregistrées sur les borures FeB et Fe₂B. Ainsi, les valeurs de microduretés obtenues sont très voisines.
- La plus grande microdureté est de l'ordre de 2100 HV et elle est enregistrée sur la surface des échantillons borurés. Cette zone correspond bien à la zone d'existence du borure FeB. Donc, on peut dire que même si la proportion du borure FeB est très faible dans la couche totale, son influence est très favorable pour la dureté de la surface.
- Le borure Fe₂B présente une microdureté de l'ordre de 1800 HV. Cette microdureté est inférieure à celle obtenue sur le borure FeB, mais elle reste toujours très importante.
- La microdureté de la zone sous-jacente à la couche borurée est relativement sensible à la composition chimique de l'acier. Cette valeur est de l'ordre de 520 HV pour l'acier XC18 et 680 HV pour l'acier XC38.

Pour les deux aciers ces valeurs de microdureté sont relativement élevées, ce qui représente un grand avantage pour les couches borurées, car elles peuvent jouer très bien le rôle d'un support assez dur dans le cas de grandes sollicitations.

La dureté de cette zone est justifiée par la présence d'une quantité très importante de carbone poussé vers l'intérieur du substrat par le bore pendant la formation de la couche borurée [18].

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

5.2. Essais d'usure abrasive

La quantification de l'usure abrasive a été faite en mesurant la variation de la perte de masse sur les échantillons borurés et non borurés testés en fonction des différents paramètres étudiés dans ce travail.

L'observation en microscope optique des différents échantillons après les essais d'usure nous a permis de mettre en évidence que la détérioration de la surface borurée par

les particules abrasives en carbure de silicium (SiC) est du type purement abrasif (Figure 5.2).

Sur la figure 5.2, nous pouvons facilement constater l'endommagement causé par les particules abrasives en carbure de silicium qui laissent des rayures très bien apparentes sur la surface testée.

Aucune trace d'adhérence ou de grippage n'a été observée sur les échantillons testés, ce qui nous laisse considérer que les essais d'usure effectués dans ce travail sur les échantillons borurés sont des essais d'usure abrasive.

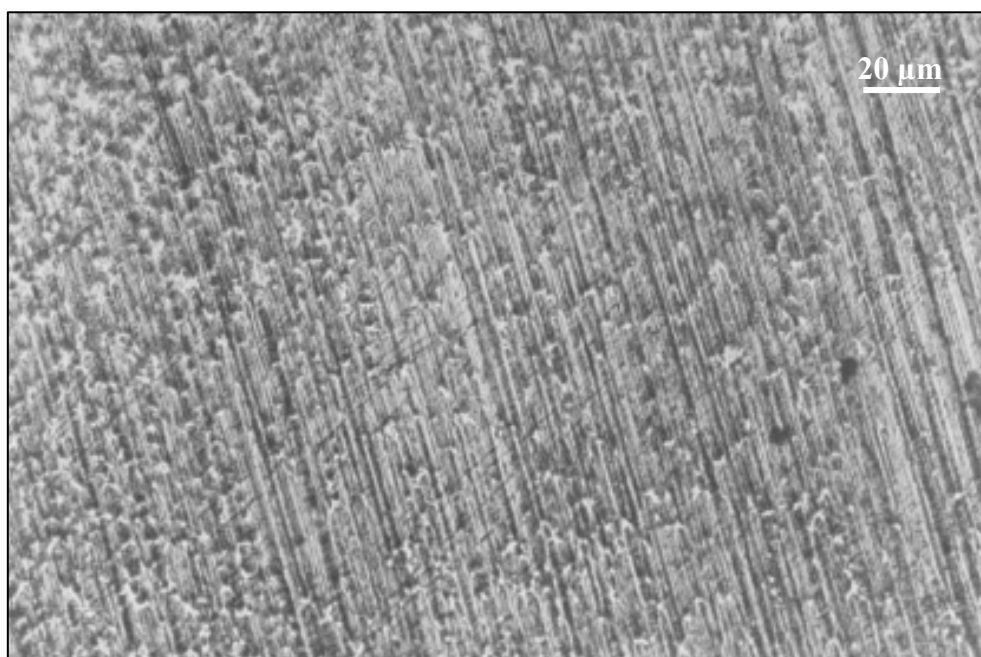


Figure 5.2 : Traces d'usure laissées par les particules abrasives en carbure de silicium sur la surface borurée d'un échantillon testé.

5.2.1 Influence de la taille des particules abrasives

La première série d'essais d'usure abrasive a été faite pour étudier l'influence de la granulométrie du papier abrasif utilisé sur la perte de masse enregistrée sur échantillons testés.

Les conditions d'essais de la première série d'essais d'usure ont été optimisées de telle sorte qu'on soit parfaitement dans les conditions d'usure abrasive avec des particules solides.

Durant ces essais, nous avons choisi une vitesse de rotation constante égale à 100 tours/minute ou à une vitesse de glissement équivalente de 21,5 cm/seconde avec une charge appliquée de 4 N.

Les pertes de masse obtenues sur des échantillons borurés et d'autres non borurés trempés abrasés sur des papiers abrasifs de différentes granulométries sont présentés dans la figure 5.3.

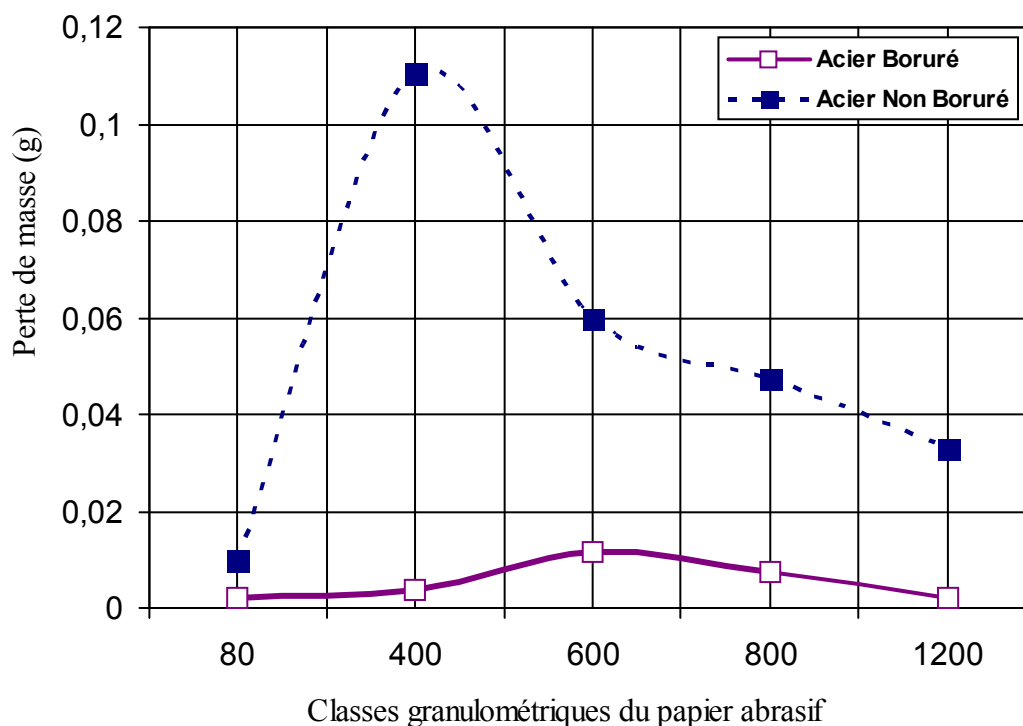


Figure 5.3 : Perte de masse en fonction de la granulométrie des particules abrasives en carbure de silicium.

Une première constatation sur la figure 5.3 nous laisse signaler les remarques suivantes :

- Le taux d'usure enregistré sur l'échantillon non boruré est de loin plus important que celui enregistré sur l'échantillon boruré. Cela n'est guère surprenant si on prend en considération que l'usure est abrasive et que la différence de dureté entre la couche borurée et celle de l'échantillon non boruré après trempé.
- Le taux d'usure n'est pas très sensible à la granulométrie du papier abrasif pour l'échantillon boruré.
- Par contre, pour l'acier non boruré, un maximum d'usure a été enregistré avec le papier de granulométrie 400. Cela peut s'expliquer par la surface de contact réelle entre le papier abrasif et la surface testée qui est sûrement maximale dans le cas du papier de grade 400. Une surface de contact réelle maximale correspond à une action plus importante des particules d'usure.

- Le comportement de l'acier non boruré nous laisse supposer l'existence d'une granulométrie critique du papier abrasif qui correspond au taux d'usure le plus élevé.
- Pour l'acier boruré, une légère augmentation de perte de masse a été enregistrée avec le papier de grade 600. Cette granulométrie peut être considérée comme la granulométrie critique de l'acier boruré.

5.2.2 Influence de charge appliquée

L'influence de la charge appliquée sur le taux d'usure enregistré sur les différents échantillons a été faite sur la base des résultats obtenus dans l'étude de l'influence de la granulométrie du papier abrasif.

Le papier abrasif de grade 400 a été choisi pour effectuer une deuxième série d'essais d'usure abrasive en fonction de la charge appliquée.

Bien sur la vitesse de rotation ou de glissement a été choisie comme dans la première série ; c'est-à-dire à une vitesse de rotation égale à 100 tours/minute ou à une vitesse de glissement égale à 21,5 cm/seconde.

La variation du taux d'usure sur des échantillons borurés et d'autres non borurés trempés abrasés sur des papiers abrasifs de grade 400 en fonction de la charge appliquée est présentée dans la figure 5.4.

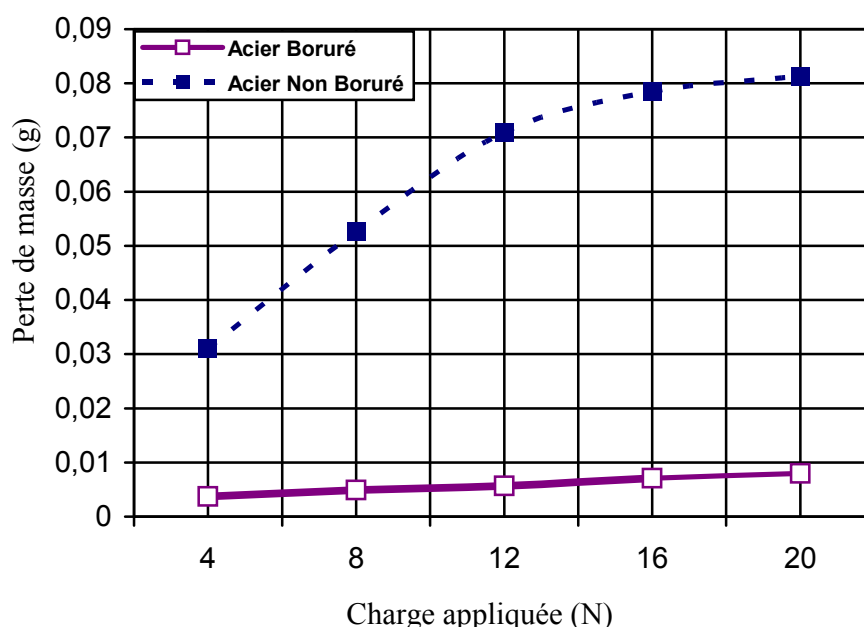


Figure 5.4 : Variation du taux d'usure en fonction de la charge appliquée sur les échantillons testés sur un papier abrasif de grade 400.

Les résultats obtenus de l'influence de la charge appliquée sur le taux d'usure des différents échantillons testés (Figure 5.4), nous permettent d'avancer les remarques suivantes :

- Le taux d'usure enregistré sur les échantillons non borurés varie d'une façon croissante avec la charge appliquée.
- La courbe représentative de la perte de masse des échantillons trempés non borurés indique que la variation du taux d'usure est importante au début puis elle commence à se stabiliser avec les grandes charges. Ce comportement est caractéristique des essais d'usure abrasive. La stabilisation de la courbe est expliquée par la surface de contact réelle entre la surface des échantillons testés et les grains de carbure de silicium (SiC) qui atteint son maximum à une charge bien déterminée et au-delà de cette charge, elle ne peut plus augmenter.
- La perte de masse obtenue sur les échantillons non borurés est de loin plus importante que celle obtenue sur les échantillons borurés. Le rapport des pertes de masse entre les échantillons borurés et ceux non borurés est estimé à 10 fois.
- Le taux d'usure enregistré sur les échantillons borurés varie d'une façon quasi linéaire croissante en fonction de la charge appliquée. Ce comportement est très familier dans les essais d'usure abrasive.

5.2.3 Influence de la vitesse de rotation ou de glissement

L'étude de la perte de masse en fonction de la vitesse de rotation ou de glissement a été faite sur un papier abrasif de grade 400 (qui correspond au taux d'usure le plus élevé lors des deux premières séries d'essais) sous une charge de 4 N et pour une distance parcourue constante de 50 mètres.

La distance parcourue a été maintenue constante durant tous les essais pour pouvoir comparer les pertes de masse enregistrées sur les différents échantillons en fonction de la vitesse de rotation.

La figure 5.5 illustre la variation des pertes de masse des échantillons borurés et ceux non borurés en fonction de la vitesse de rotation du disque.

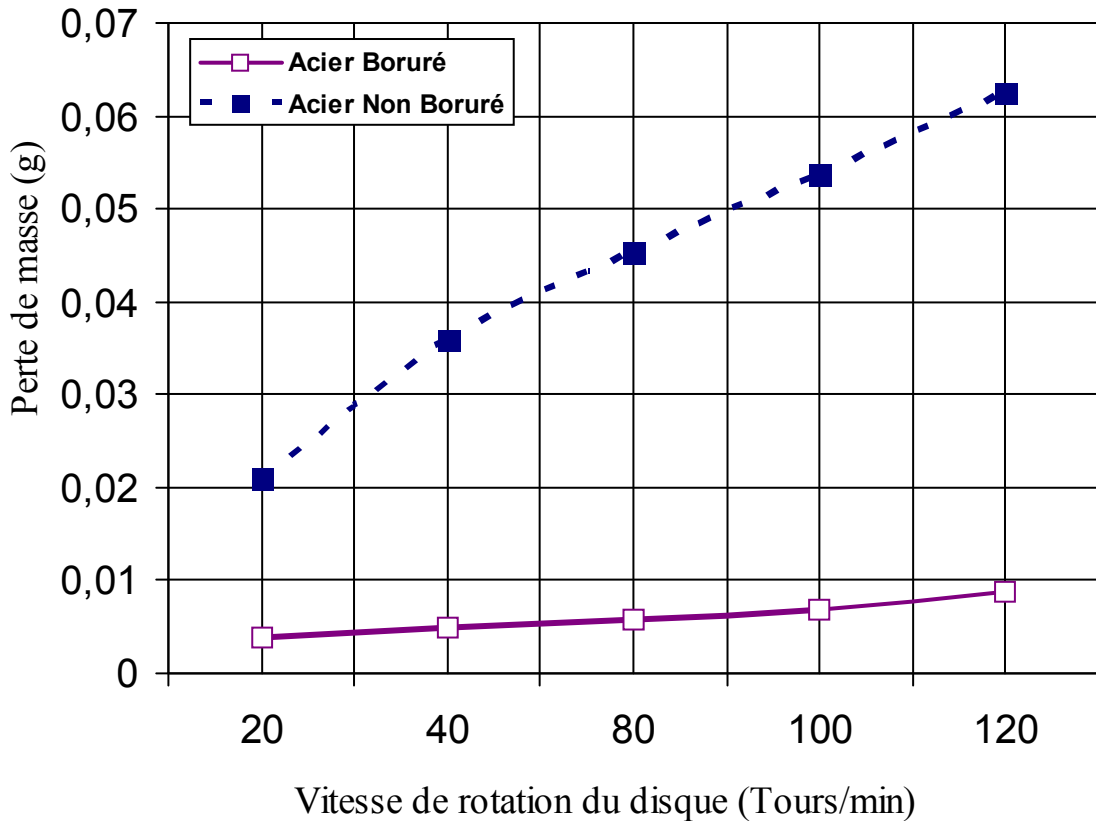


Figure 5.5 : Variation de la perte de masse en fonction de la vitesse de rotation du disque de papier abrasif.

Les résultats obtenus de l'influence de la vitesse de rotation ou de la vitesse de glissement sur le taux d'usure des différents échantillons testés, nous permettent de donner les constatations suivantes :

- La variation de la perte de masse en fonction de la vitesse de glissement varie d'une façon quasi linéaire pour les échantillons borurés comme pour les échantillons trempés non borurés.
- Bien sur, comme dans les deux premières séries d'essais, la perte de masse obtenue sur les échantillons non borurés est de loin plus importante que celle obtenue sur les échantillons borurés.
- L'allure de la courbe de la variation du taux d'usure en fonction de la vitesse de glissement indique que plus la vitesse de glissement est importante, plus le taux d'usure est important.
- L'augmentation du taux d'usure en fonction de la vitesse de glissement est expliquée par l'échauffement de contact des deux surfaces qui a une relation directe avec la vitesse de rotation ou de glissement.

Enfin, nous pouvons dire que le traitement de boruration effectuée sur l'acier étudié augmente d'une façon considérable la résistance à l'usure abrasive de l'acier testé. En effet, quel que soit le paramètre étudié (granulométrie du papier abrasif, charge appliquée et vitesse de rotation ou de glissement), le taux d'usure enregistré sur les échantillons borurés est de loin inférieur à celui enregistré sur les échantillons trempés non borurés.

5.3 Essais d'usure érosive

Les essais d'usure érosive ont été effectués sur les différents échantillons pour étudier l'influence de la taille des particules érosives, sa vitesse d'impact et l'angle d'incidence de ces particules.

Avant d'étudier l'influence des trois paramètres sus-cités sur le taux d'usure enregistré sur les différents échantillons testés, nous avons essayé de caractériser morphologiquement l'effet d'impact des particules solides sur la surface et de déterminer la nature et les causes de dégradation provoquées en surface.

En l'absence d'un moyen performant de caractérisation de l'état de surface après érosion (profilométrie précise), qui nous permet de vérifier l'existence ou non d'une déformation plastique importante, nous nous sommes limités à la caractérisation au microscope optique.

L'observation en microscope optique nous a permis de mettre en évidence une détérioration de la surface exposée aux particules solides par la formation de plusieurs cratères ayant des dimensions variables. Le plus grand cratère est observable même à l'échelle macroscopique avec un diamètre moyen qui dépasse 0,5 mm et qui se trouve dans l'axe qui est directement perpendiculaire à la trajectoire des particules solides érosives.

Les figures 5.6 et 5.7 montrent, sur des micrographies prises en microscope optique des petits cratères formés après l'écaillage de la couche borurée sur la surface érodée.

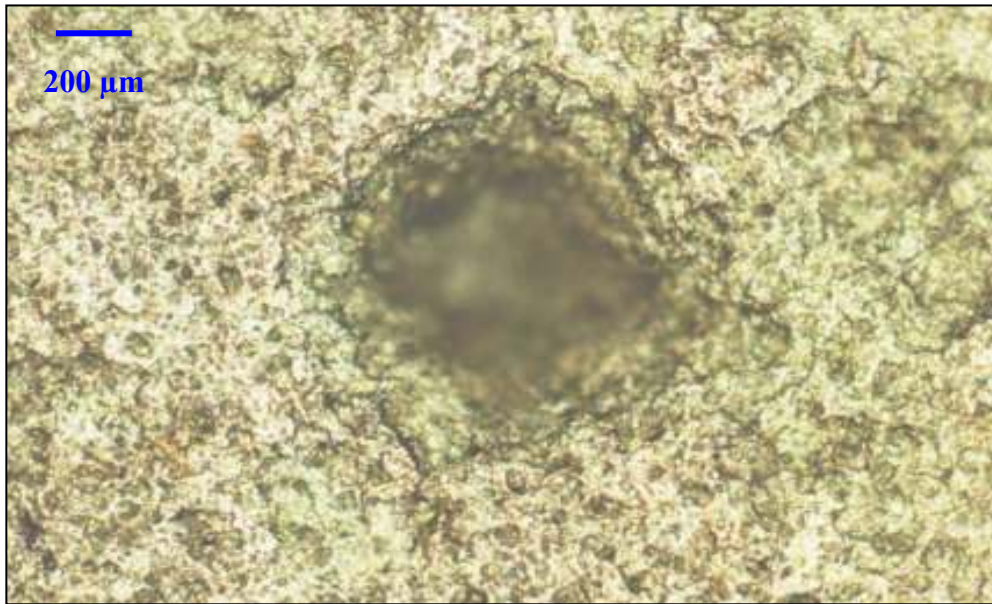


Figure 5.6 : Cratère obtenu sur la couche borurée suite à un essai d'érosion par des particules solides ayant un angle d'impact de 90° .



Figure 5.7 : Petits cratères obtenus sur la couche borurée suite à un essai d'érosion par des particules solides ayant un angle d'impact de 90° .

5.3.1 Influence de la taille des particules érosives

La première série d'essais d'érosion par les particules solides de sables a été faite sur l'influence de la taille des particules érosives sur la perte de masse enregistrée sur la surface érodée.

Pour la première série d'essais, nous avons choisi un angle d'impact de 90° et une vitesse des particules de 50 m/s, et ce, pour avoir le maximum d'usure sur la surface testée. Les résultats obtenus à l'issue de ces essais sont présentés dans la figure 5.8.

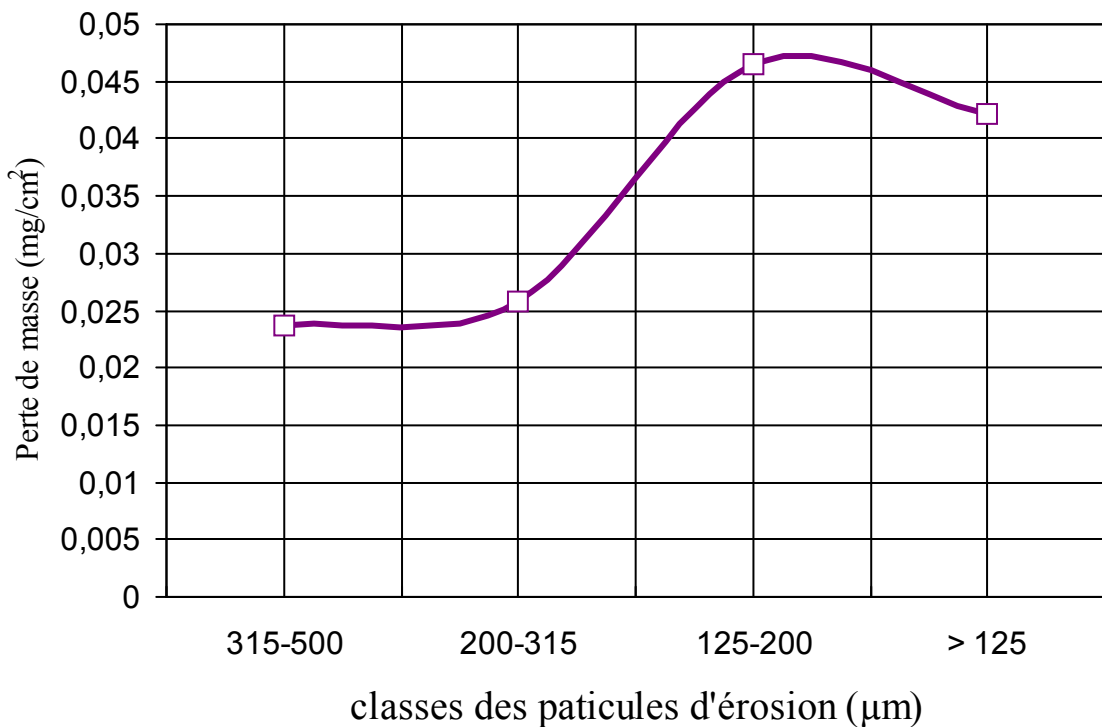


Figure 5.8 : Pertes de masses enregistrées sur la surface exposée à l'érosion en fonction de la taille des particules d'érosion.

Les résultats obtenus ont montré que le maximum d'usure érosive est obtenu avec les particules de 200 à 125 µm de taille et les particules de taille inférieure à 125 µm.

Ce résultat est, en contradiction avec la théorie qui prévoit une usure maximale avec des particules de grandes tailles. Aucune explication à ce phénomène ne peut être avancée, mais nous souhaitons qu'une étude plus détaillée de l'effet de taille des particules érosives sur le taux d'usure soit projetée, et en particulier pour les particules ayant une taille inférieurs à 125 µm.

5.3.2 Influence de l'angle d'impact des particules

La deuxième série d'essais a été faite pour étudier l'influence de l'angle d'impact des particules solides sur le taux d'érosion. Les essais ont été effectués avec des particules solides de 200 à 125 μm de taille et à une vitesse de particules constante égale à 50 m/s. Le choix de la taille des particules a été fait sur la base de la première série d'essais.

Les résultats obtenus dans la deuxième série d'essais d'usure sont illustrés dans la figure 5.9.

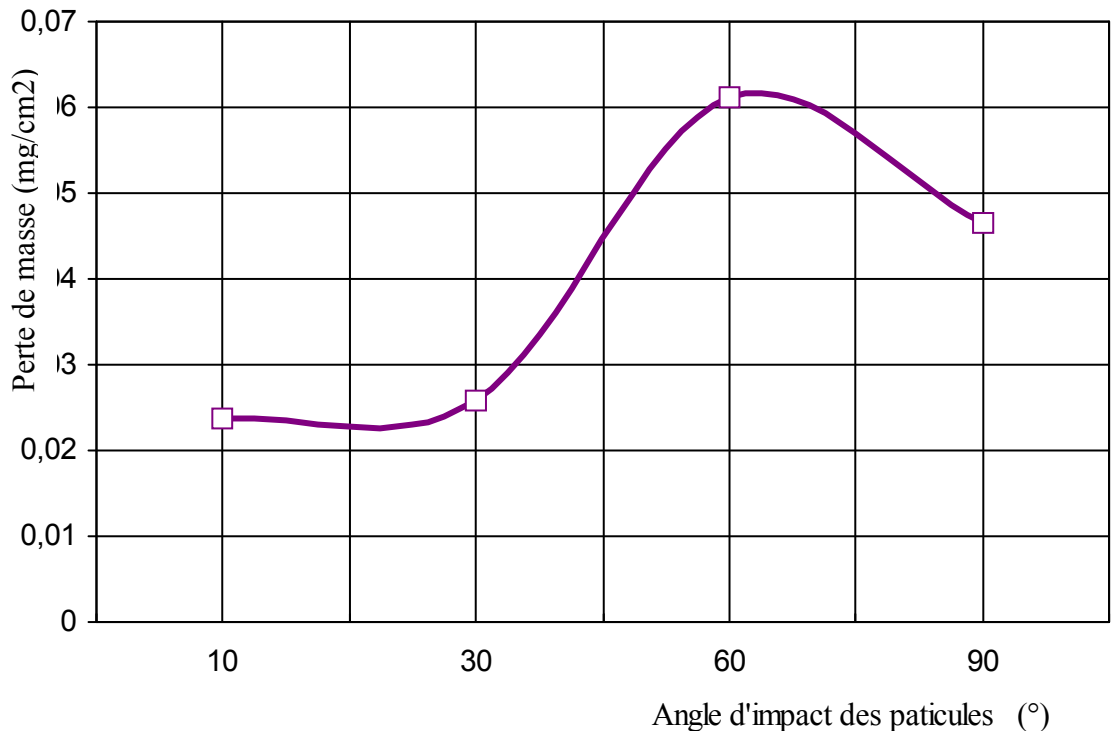


Figure 5.9 : Pertes de masses enregistrées sur la surface exposée à l'érosion en fonction de l'angle d'impact des particules d'érosion.

Les résultats obtenus lors de cette série d'essais ont montré que le taux maximum d'érosion est enregistré à un angle d'impact équivalent à 60°. Ce résultat, du moins, inattendu peut être expliqué par le choc qui se déroule entre les particules incidentes et les particules rebondissantes. En effet, lorsque l'angle d'impact est à 90°, les particules incidentes et les particules de rebondissement après choc avec la surface seront sur la même trajectoire, ce qui diminue le rendement des particules incidentes à atteindre la surface érodée.

5.5.3 Influence de la vitesse d'impact des particules

La dernière série d'essais a été faite pour étudier l'influence de la vitesse d'impact des particules solides sur le taux d'érosion. Les essais ont été effectués avec des particules solides de 200 à 125 μm de taille et à un d'incidence de particules de 60° . Le choix de l'angle d'impact des particules a été fait sur la base de la deuxième série d'essais.

Les résultats obtenus dans la deuxième série d'essais d'usure sont illustrés dans la figure 5.10.

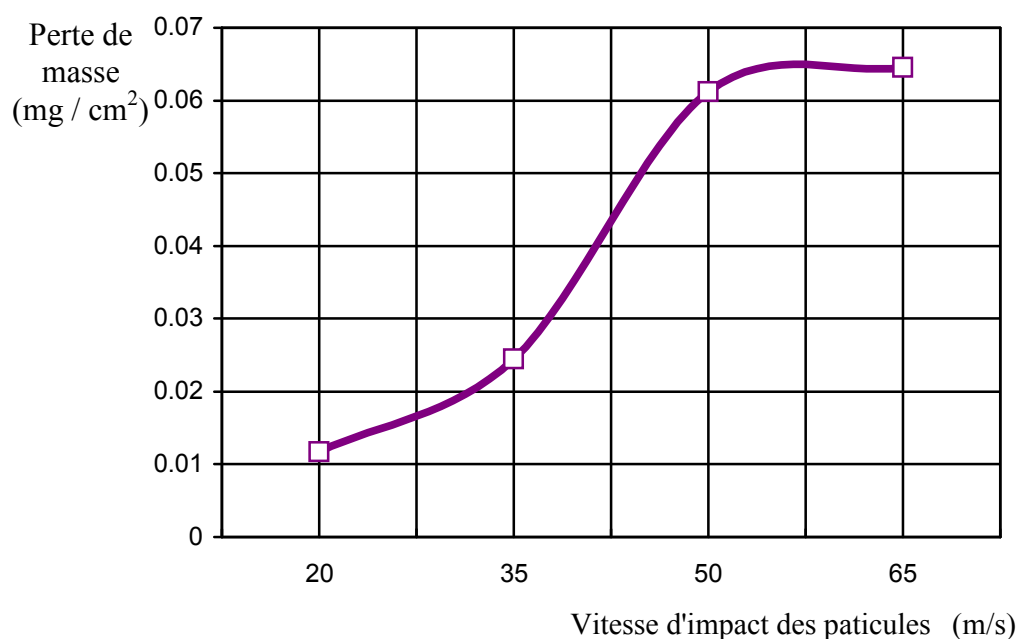


Figure 5.10 : Pertes de masses enregistrées sur la surface exposée à l'érosion en fonction de la vitesse d'impact des particules d'érosion.

Les résultats obtenus lors de cette dernière série d'essais ont montré que le taux maximum augmente avec l'augmentation de la vitesse d'impact des particules érosives. Ces résultats concordent parfaitement avec la théorie qui prévoit un maximum du taux d'usure érosive pour les grandes vitesses d'impact, et ce pour les matériaux ductiles comme pour les matériaux fragiles.

CONCLUSION

Après les discussions et les interprétations avancées dans les chapitres 4 et 5, nous pouvons signaler les conclusions suivantes :

1) Tous les traitements de boruration effectués à des températures comprises entre 800 et 1050°C et des durées qui varient entre 0,5 et 8 heures, ont permis d'obtenir une couche borurée. Pour les traitements de courtes durées de maintien à des faibles températures, la couche borurée est monophasée, par contre, elle devient biphasée lorsque la température et la durée de maintien sont augmentées. Ainsi, pour un traitement de 4 heures à une température de l'ordre de 950°C, l'épaisseur de la couche borurée est de l'ordre de 150µm.

2) Un traitement de boruration d'un acier XC38 avec la poudre utilisée (90%SiC-5%B₄C-5%NaBF₄) conduit généralement à des couches biphasées de :

- FeB : vers l'extérieur de la couche
- Fe₂B : vers l'intérieur de la couche

3) L'étude de la cinétique de croissance des couches borurées élaborées sur les acier XC38 par la technique des poudres, nous a permis de déterminer une énergie d'activation correspondante à la diffusion du bore dans la couche borurée.

Les valeurs de l'énergie d'activation obtenues par l'épaisseur de la couche borurée et l'épaisseur de la couche calculée à partir du gain de masse sont respectivement :

$$\begin{aligned} \diamond Q_{\text{Epaisseur}} &= 124.01 \text{ KJmol}^{-1} \\ \diamond Q_{\text{Calculée}} &= 167.79 \text{ KJmol}^{-1} \end{aligned}$$

La comparaison des valeurs de l'énergie d'activation obtenue avec celles du bore dans le fer α et le fer γ montre que ces valeurs sont supérieures. Cela peut être expliqué par l'influence de la composition chimique de l'acier sur la diffusion du bore à travers la surface

Les valeurs de l'énergie d'activation trouvées dans ce travail sont relativement proches des valeurs de l'énergie d'activation trouvées par d'autres chercheurs

4) Les essais d'usure abrasive et érosive ont montré que l'acier XC 18 borurée est plus dur et plus résistant à un acier XC 18 non borurée. La diminution de l'usure est provoquée par l'introduction du bore dans l'acier qui a augmenté sa dureté superficielle en la rendant plus dur que les particules abrasives.

5) Dans un circuit fermé, les particules abrasives s'écrasent après plusieurs passages et s'enfoncent dans l'acier d'une part, et d'autre part devenu poudre très fine est joué le rôle du troisième corps.

6) Le comportement de la couche borurée vis-à-vis à l'usure érosive est très comparable au comportement des matériaux durs et fragiles. Ainsi le maximum d'usure est obtenu par écaillage et des angles d'impact de l'ordre de 60°

RECOMMANDATION

Nous souhaitons que ce travail soit complété par d'autres travaux de recherche qui étudier minutieusement les problèmes d'usure et le problème de la croissance des couches borurées sur les aciers en déterminant l'épaisseur des couches borurées par des nouvelles techniques plus précises (par exemple, utilisation des techniques basées sur l'analyse des images) qui permettent de surmonter les difficultés causées par la forme aciculaires des couches de diffusion

REFERENCES

1. Site ; <http://www>. Cours. Polymtl. Ca/mec 330
2. D. Blouet, R. Gras (ISMCM) Groupe tribologie ; types de contact et mode des surfaces.
3. Jaques Debaene., Jean- Jacques Baron., Techniques de l'ingénieur, 1980, B585-1
4. Gérald Zambelli. Léo Vincent; Matériaux et contact, 1998
5. A.NIKU-LARI, Traitements et Revêtements des métaux, HERMES, Paris, 1987
6. J. Ayel., Differentes formes trilogiques d'usure des surfaces métalliques. Revue I.P.F Mai-juin 1967
7. G. Colin ; les mécanismes de l'usure et de frottement
8. Bazille P., la boruration, Revue de Mécanique, Matériaux et Electricité, 1977,336, 26-32.
9. Tsipas D. N., Rus J., Boronized of alloy steels, Journal of Materials Science letters, 1987,6,118-120
10. McBride C.C., Spretnak J. W., Rudolph., A study of the Fe-Fe₂Bsystem, transactions of the ASM, 1987,46, 499-524 .
11. Casadesus P., Frantz C. ; Gantoi M., boriding with a thermally instable gas diborane, Metallurgical transaction A, 1979, 10A, 1739 –1743
12. Casadesus P., Frantz C., gantoi M., Etude structurale des couches borurées élaborées par bombardement ionique sur le fer et les aciers au carbone, Mémoires scientifiques de la Revue de Métallurgie, 1979, 9-21.
13. Kunst H., Schaaber O., Observations on surface boronization of steel, Harterei-Technische Mittellungen, 1967, 22, 275-292.
14. Pchelkina M. A., Lakhtin Yu. M., boronizing in a boron trichloride atmosphere, Metal Science and Heat treatment of metals, 1960,2, 397-398
15. Zhigach A. F., Antonov I. S., Pchelkina M. A., Yukin G. I., Dobrodeev A.S., Mataeev V. N., surface impregnation of steel with boron from the gas phase, Metal Science and Heat treatment of Metals, 1959, 1, 51-56.
16. Ornig H., Schaaber O., Observation of surface boriding of steel, Harterei-Technische Mittellungen, 1962,17,(3), 131-140

17. Nogtev N. N., Ragozin Yu. N., Electrolytic boriding in boric anhydride, *Metal Science and Heat Treatment of metals*, 1962, 4, 532

- 18 Allaoui O., Boruration sans électrolyse des aciers dans des sels fondus et caractérisation des couches borurées obtenues, *Mémoire de Magister*, 1995, ENP d'Alger.

- 19 Lyakhovich L.S., Kosachevskii L.N., Dolmanov F. V., Krukovich M. G., Liquid process of chemical heat treatment without electrolysis, *Metal Science and Heat treatment*, 1972,14, 156-157

20. Inkevich A. N., Ulybin G. N., Chromizing and boronizing of steel with induction heating, *Metal Science and Heat treatment of metals*, 1959, 1, 57-61

21. Galibois., Boutenko O., Voyezelle B., Mécanisme de formation des couches borurées sur les aciers à haut carbone : I – Technique des pates, *Acta Metallurgica*, 1980, 28,1753-1763

22. Lyakhovich L. S., traitement thermo-chimique des métaux et alliages, *Aide Mémoire, Metallurgia*, 1981, 80-110 (en russe).

23. Isakov S. A., Al'tshuler S. A., the mechanism of boriding from pastes in a glow discharge, *Metal Science and Heat treatment*, 1987, 29, 191-193

24. Minkevich A.N., Rastorguev L. N., Yusfina L. L., Investigation of the structure and orientation of boride coating on iron, *Metal Science and Heat Treatment of metals*,1967, 9, 36-38

25. Sinha A. K., Boriding surface hardening of steel, *Metals Handbook vol 5, 10th edition*, 1990, surface Cleaning, Finishing and coating, 437-447.

26. Thénevot F. Geouriot P. Couturier J M. Leveque R; amélioration des propriétés des résistances à l'usure d'acier inoxydable par boruration directe ou séquencée. *Traitement et revêtement des métaux*, A.Niku- Lari, Hermes, paris, pp 50-62.

27. Casadesus P., Frank C., La boruration du fer et des aciers par bombardement ionique avec le diborane, *Mémoire Scientifique de la Revue de Métallurgie*, 1978, 81-91.

28. Bartsch K., Leonhardt A. Characterization of borides formed on impurity-controlled chromium- based low alloy steels, *surface and coatings Technology*, 1999, 112, 208-231

29. Bartsch K., Leonhardt A. Formation of iron boride layers on steel by d.c. Plasma boriding and deposition processes *Surface and Coating Technology*, 1999, 116-119,386-390.

30. Hatterjee-Fischer R., Technologie des couches borurées à multiples composants à propriétés spéciales, *Traitement thermique*, 1982, 169, 41-47.

31. Chatterjee-Fischer R., time to take a look at multicomponent boriding, Metal Progress, 1986, April, 24-37.
32. Samsonov G. V., Epik A. P., Boride Coatings, Coatings of high-temperature materials, plenum press, New York, 1966, 7-111.
33. Matuschka A. G. V., Boronizing, hayden and Son Inc., Philadelphia, 1980, ISBN 85501-640X
34. Fichtl W., Trausner N., Graf Von Matuschka A., Boronizing with Ekabor, 1988, documentation E. S. K.
35. Kunst H., Schaaber O., Beobachtungen beim Oberflächenborieren von Stahl III-Borierverfahren, Harterei-Technische Mitteilungen, 1967, 22, 1-25.
36. Carbucicchio M., Mazza G., Sambogna G., Some effects of thermochemical on iron boriding, 3rd International Conference on Heat Treatment of Materials, Shanghai, 1983, 9.79.
37. Goeriot P., Thévenot F., Boruration des aciers et cermets : le traitement "BORUDIF", Matériaux et techniques, 1985, (5-6), 217-221
38. Tsipas D. N., Rus J., Boronizing of alloy steels, Journal of Materials Science Letters, 1987, 6, 118-120.
39. Busby P. E., Warga M. E., Wells C., Diffusion and solubility of boron in iron and steel, Journal of Metals, 1953, 1463-1468.
40. Casadesus P., Mise au point d'un traitement de boruration des aciers par bombardement ionique avec le diborane, thèse, 1977, université de Nancy, France.
41. Palombarini G., Carbucicchio M., Growth of boride coatings on iron, Journal of Materials Science Letters, 1987, 6, 415-416
42. Guiraldenq P., Diffusion dans les métaux, Techniques de l'ingénieur M11 : étude des alliages, 1978, 55, 1, 31-33
43. Degussa, Boriding with durferrit products, 1982, documentation technique Degussa
44. Chatterjee-Fischer R. and Schaaber O., Boriding of steel and non -ferrous metals, on Heat treatment of metals, 1976, ISBN: 0 904357 05 8, the Metals Society, London.
45. Goeriot P., Thévenot F., Bouaoudja N., Fantozzi G, Boruration des cermets WC-CO et WC-CO-N, traitement thermique, 1986, 205, 13-18
46. Subrahmanyam J., Gopinath K., Wear Studies on boronized mild steel, Wear, 1984, 95, 287-292.

47. Eyre T. S. et Morri J., the metallurgy and wear characteristics of boride coating, Heat treatment of Metal, 1978, 4, 103-105.
48. Habig K. H., Wear protection of steels by boriding, vanadizing, nitriding, carburising, and hardening, 1980, Materials in Engineering, 2, (December), 83-92
49. Fichtl W., Boronizing and its practical applications, Revue Internationale des Hautes températures et Réfractaire, 1980, 17, 33-34.
50. Bazille P., La Boruration dans les traitements thermiques de diffusion, influence sur les propriétés mécaniques, 12 et 13 juin 1975, Journées de Printemps du GAML, Lyon, France.
51. Tsipas D. N., Noguera H., Rus J., corrosion behavior of boronized low carbon steel, Materials Chemistry and Physics, 1987, 18, 295-303.
52. Biddulph R. H., Boronizing for erosion resistance, Thin Solid Films, 1977, 45, 341-347.
53. Biddulph R. H., boronizing of metals wear and corrosion resistance, 1978, Surface treatment for Protection, 104-106.
54. Lyakhovich L.S. and Bragilevskaya S. S., Boronized pistons for die casting, Metal Science and Heat Treatment, 1968, 9, 725-726.
55. Mazzouzi el- Hadja, Projet de fin d'étude d'ingénieur, Conception et Réalisation d'un dispositif d'érosion par les particules solides de sable, proposé et dirigé par alloui Omar , oct 1999
56. Matiasovsky; chrekova- paucirova M., Fellner P. and Makyta M.,1987, Electrochemical and thermochemical boriding in molten salts, surface and coatings Technology,1988, 35, 133-149
57. I. Campos, R. Torres, O. Bautista, G. Ramírez and L. Zúñiga, Effect of boron paste thickness on the growth kinetics of polyphase boride coatings during the boriding process, Volume 243, Issues 1-4 , 30 April 2005, Pages 429-436
58. Saduman Sen, Ugur Sen and Cuma Bindal, An approach to kinetic study of borided steels, Surface and Coatings Technology, Volume 191, Issues 2-3, 21 February 2005, Pages 274-285.

APENDICE A
LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATION

A_r	: aire réelle de contact entre les deux surfaces
D	: constante de la vitesse de croissance des couches borurées
E	: rapport de masse du matériau enlevé de la masse sur la masse totale
F_{fg}	: force totale de frottement de glissement
H	: dureté du matériau le plus mou
K	: coefficient d'usure par adhérence
L	: distance glissée
P.C.D	: dépôt chimiques en phase vapeur
P.V.D	: dépôt physiques en phase vapeur
Q	: énergie d'activation
$S_{\text{échantillon}}$: surface total du borure formé
T	: température en degré kelvin
V	: volume de fragment d'usure
$V_{\text{Fe}_2\text{B}}$: volume total du borure formé
W	: force normale
d	: épaisseur de la couche
d.d.p	: différence de potentiel
e	: épaisseur de la couche
f_g	: coefficient de frottement
r	: rayon de la sphère
t	: temps de traitement
v	: vitesse des particules
ρ	: densité massique du matériau enlevé
υ	: angle d'incidence des particules par rapport à la surface