

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
**ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES ET METALLURGIE**

**ENSMM-annaba-**



Département science et génie des matériaux

**Mémoire de fin d'études**

MASTER: Ingénierie des surfaces

**THEME :Caractérisation et évaluation  
de l'adhérence des couches borurées  
de l'acier 42CD4**

**Présenté(e) par : HANNACHI RIMA**

**Encadré(e) par : - Pr TOUHAMI Mohamed Zine**

**Membres du jury : - Pr CHADLI Hacem**

**- Dr TAHRAOUI Tarek**

# Remerciements ☺

*Je tiens à remercier en premier lieu, et avec toute ma gratitude, mon encadreur l'honorable Pr Touhami Mohammed Zine, pour son soutien, pour son temps consacré avec moi, et pour son aimable encouragement. C'était un grand plaisir que vous me guidiez durant la réalisation de ce travail.*

*Un grand merci à l'équipe de laboratoire SGM de l'ENSM : Mme S.Meddah, Mme Zeddouri Hakima, Rym, Nadir, et Hichem. J'avais vraiment l'honneur de travailler avec vous.*

*On remercie les membres de jury qui nous ont honorés par leurs présences.*

*Je remercie l'ingénieur d'Arcelor Métal « Mr Rerari Youcef » Et les ingénieurs d'Etrag.*

*Je remercie nos parents de leurs soutiens durant nos études.*

*Finalement merci à toute personne ayant contribué de près ou loin à la réalisation de ce modeste travail*

# *Dédicace* ☺

*Je dédie ce mémoire à :*

*A mes chers parents pour leurs patiences, leurs amours, leurs soutiens et leurs encouragements.*

*A mes frères et mes sœurs :*

*« Sara », « sana », « Adel », « Bilel », « walid » et « milouka »*

*A Asma, Marwa, Ikram*

*A toutes la famille Hannachi*

## Liste des figures :

Figure I.1. Le schéma montrant la croissance de la couche Fe <sub>2</sub> B.....	2
Figure I.2. Diagramme de phase du système Fer-Bore.....	3
Figure I.3. Les différents types des couches borurées.....	4
Figure I.4. Effet de la composition chimique de l'acier sur la morphologie et l'épaisseur de couche borurée..	7
Figure I.5. Représentation schématique montrant la détermination de l'épaisseur moyenne des couches borurées.....	8
Figure I.6. Principe du test d'indentation VDI 3198.....	10
Figure I.7: Faciès d'indentation.....	13
Figure I.8: différents types de fissures de l'indentation.....	14
Figure II.1. Schéma d'une polisseuse métallographique.....	16
Figure II.2. Schéma du microscope métallographique.....	16
Figure II.3. Schéma du Microduromètre Vickers.....	17
Figure II.4. Schéma du diffractomètre.....	18
Figure II.5: Le principe du test d'indentation VDI 3198.....	18
Figure III.1. Micrographies de la structure de l'acier 42CD4 après boruration solide à 950°C/5.....	19
Figure III.2. Spectres de diffraction RX de l'acier 42CD4 dans les conditions de diffraction rasante.	20
Figure III.3. Profile de microdureté pour des échantillons borurées 5h.....	21
Figure III.4. Schéma montrant les modèles d'évaluation de l'adhésion des couches utilisant le test d'adhérence d'après Daimler-Benz Rockwell C proposé par Edgar E Vera Cardenas et al. (Vol.8(2),2016) appliquant la norme Verein Deutscher Ingenieure Normen.VDI3198.Dusseldorf : VDI-Verlag,1991..	22
Figure III.5 (a;b;c). Micrographies optiques montrant les empreintes laissées par le test Daimler-Benz-Rockwell C sur l'acier 42CD4 boruré à 950°C pendant 5 h .Adhésion selon le modèle de type a- HF3- HF4, b-HF1-, c-HF1.....	23
Figure III.6.Micrographie électronique montrant les empreintes laissées par le test Daimler-Benz-Rockwell C sur l'acier 42CD4 boruré à 950°C pendant 5 h. Présence des fissures ramifiées.....	23

## Liste des tableaux :

Tableau I.1. La solubilité du bore dans le fer à différentes températures.....	3
Tableau I.2. Les propriétés physico-chimiques et mécaniques des borures du fer.....	5
Tableau II.1. Composition chimique de la nuance 42CD4.....	15
Tableau II.2. Les propriétés mécaniques de l'acier 42CD4.....	15
Tableau II.3. Conditions de diffraction des rayons X.....	17
Tableau III.1 épaisseur des couches borurées.....	19

## Table des matières:

Introduction .....	1
<b>I. Synthèse Bibliographique.....</b>	<b>2</b>
1. Les traitements thermochimiques.....	2
2. Boruration.....	2
2.1. Mécanisme.....	2
2.2. Les différents types de boruration.....	5
2.3. Influence des éléments d'addition sur la boruration.....	6
3. Adhérence, adhésion et caractérisation de l'adhérence des couches dures.....	9
3.1 Facteurs influent sur l'adhérence.....	10
3.2 Techniques de mesure de l'adhérence des dépôts.....	11
3.3 Différents types de fissures .....	13
<b>Matériaux et techniques expérimentale.....</b>	<b>15</b>
1. Matériau d'étude.....	15
1.1.Composition chimique .....	15
1.2.Propriétés mécanique.....	15
1. Boruration en caisse.....	16
2. Préparation des échantillons.....	16
3. Microdureté Vickers.....	17
4. Analyse des phases par Diffraction des Rayons X (DRX).....	17
5. Test d'adhésion par la méthode d'indentation Daimler-Benz Rockwell-C.....	18
<b>III. Résultats expérimentaux et discussion.....</b>	<b>19</b>
1. Microstructure.....	19
2. Diffraction des rayons X.....	20
3. Profils de microdureté.....	22
4. Evaluation de l'adhérence des couches borurées par la technique Daimler Benz Rockwell.....	22
<b>Conclusion.....</b>	<b>24</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>25</b>

## Introduction :

La boruration est un traitement thermochimique d'enrichissement superficiel par le bore pour former avec le fer des borures de types FeB, Fe<sub>2</sub>B, et une zone de transition. Ces couches peuvent conférer aux pièces métalliques des duretés superficielles très élevées qui peuvent atteindre des valeurs allant de 1600 - 2200HV, une résistance importante à l'usure et à la corrosion dans des milieux très agressifs. L'inconvénient majeur de la couche FeB située en extrême surface est sa porosité ainsi que fragilité contrairement à la phase Fe<sub>2</sub>B. Sous forme dentelé est caractérisée par une bonne adhérence avec la matrice.

L'objectif principal dans cette étude est:

- ✓ La caractérisation métallographique de l'acier 42CD4 boruré dans une caisse solide à 950°C pendant 5h utilisant le milieu B<sub>4</sub>C en présence de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>;
- ✓ L'identification des phases formées en extrême surface par la diffraction des rayons X;
- ✓ Caractérisation mécanique au moyen des profils de microdureté ;
- ✓ Etude de l'adhérence des couches borurées par la technique Daimler Benz Rockwell.

# CHAPITRE I

## I. Synthèse Bibliographique :

### 1. Les traitements thermochimiques :

Il est possible de modifier la composition chimique superficielle d'un matériau métallique par diffusion d'un ou plusieurs éléments dans le but d'améliorer un certain nombre de propriétés fonctionnelles comme la résistance à la fatigue ou la tenue à la corrosion. Il s'agit de la filière de traitements thermochimiques par diffusion de métalloïdes et de métaux [1].

### 2. Boruration :

#### 2.1. Mécanisme :

La boruration est un traitement thermochimique de surface qui peut être appliqué à une grande variété de matériaux ferreux, non ferreux, et de cermet. Le processus consiste à chauffer un matériau dans la gamme de 700 à 1000 ° C, durant des temps allant de 1 à 12 h, en contact avec un milieu susceptible de céder du bore : une poudre solide, pâte, liquide ou milieu gazeux. Autres développements dans la boruration comprennent des techniques de boruration par plasma et boruration en bain de sels [2]. Le procédé comprend quatre étapes :

- Un milieu de réaction qui peut libérer du bore à l'état atomique à partir d'une source en bore ;
- Le contact des atomes du bore avec la surface du substrat et la formation des liaisons chimiques avec les atomes du substrat à travers le phénomène d'absorption ;
- Le début de germination des borures métalliques sous forme d'aiguilles ;
- Fin de croissance de ces aiguilles en donnant naissance à une couche compacte et continue.

La figure I.1 schématise les différentes étapes de la germination et croissance des aiguilles du borure  $Fe_2B$  dans le cas de la boruration des alliages du fer.

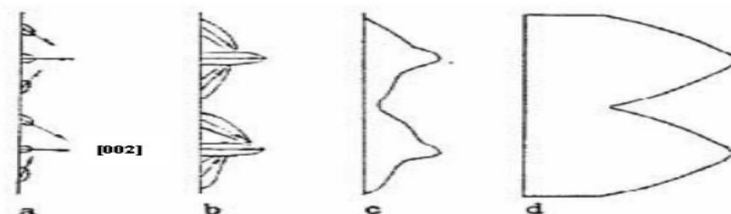


Figure I.1. Le schéma montrant la croissance de la couche  $Fe_2B$ .

- Germination aléatoire de certains germes du borure  $Fe_2B$ ,
- Croissance prononcée des germes le long de la direction [002],

(c) Début de formation des aiguilles du borure  $\text{Fe}_2\text{B}$ ,

(d) Fin de croissance de ces aiguilles donnant lieu à une couche compact  $\text{Fe}_2\text{B}$ . [3]

Diagramme d'équilibre Fer-Bore :

La diffusion du bore dans le fer forme une solution solide, il se dissout dans les sites interstitiels de la phase  $\gamma$  et en substitution dans la phase  $\alpha$ . Toutefois le bore est très peu soluble dans le fer comme indiqué dans le tableau I.1 [4].

Température (°C)	710 Fe ( $\alpha$ )	906 Fe ( $\alpha$ )	906 Fe ( $\gamma$ )	1149 Fe ( $\gamma$ )
Bore en solution ppm (par masse)	2	82	21	210

Tableau I.1. La solubilité du bore dans le fer à différentes températures

Pour mieux comprendre la formation des solutions solides du bore dans le fer, on doit se référer au diagramme d'équilibre binaire Fe-B qui est représenté dans la figure I.2

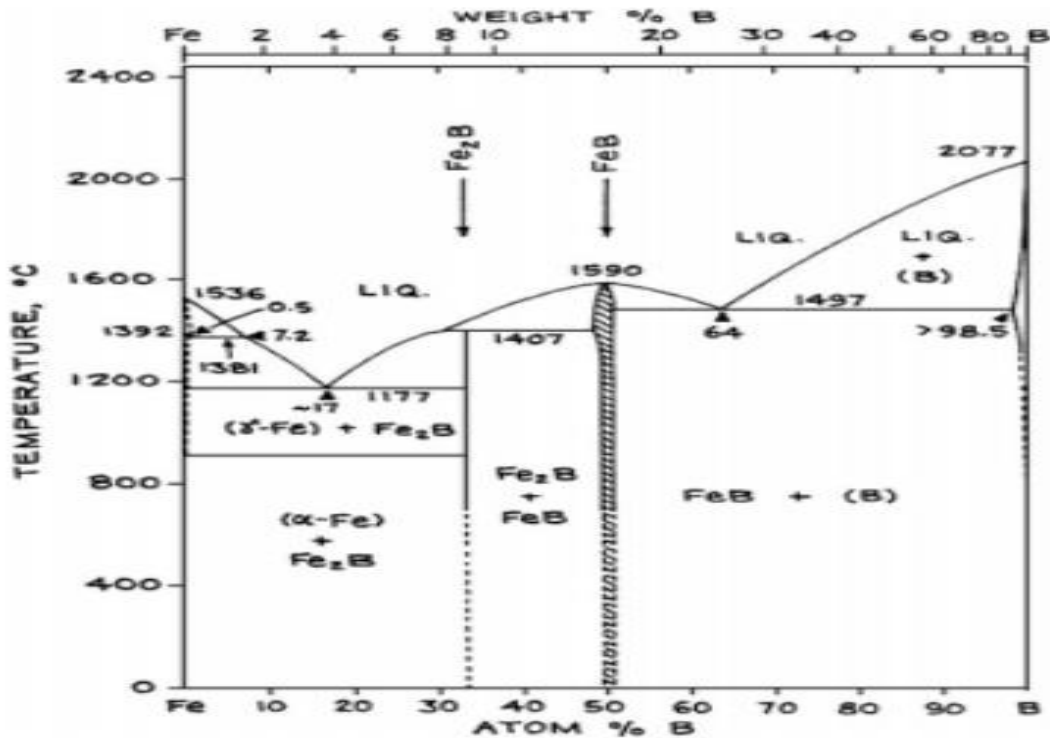


Figure I.2. Diagramme de phase du système Fer-Bore [5]

D'après ce diagramme d'équilibre, deux types de borures de fer existent :

-  $\text{Fe}_2\text{B}$  avec un pourcentage en masse de 8,83%

- FeB avec un pourcentage en masse de 16.23%

### Morphologie des couches borurées :

L'agent de boruration et les paramètres qui contrôlent le procédé permettent de déterminer le type et la qualité de la couche borurée. La morphologie de la couche borurée, qu'elle soit monophasée ou biphasée, dépend de la composition chimique du substrat.

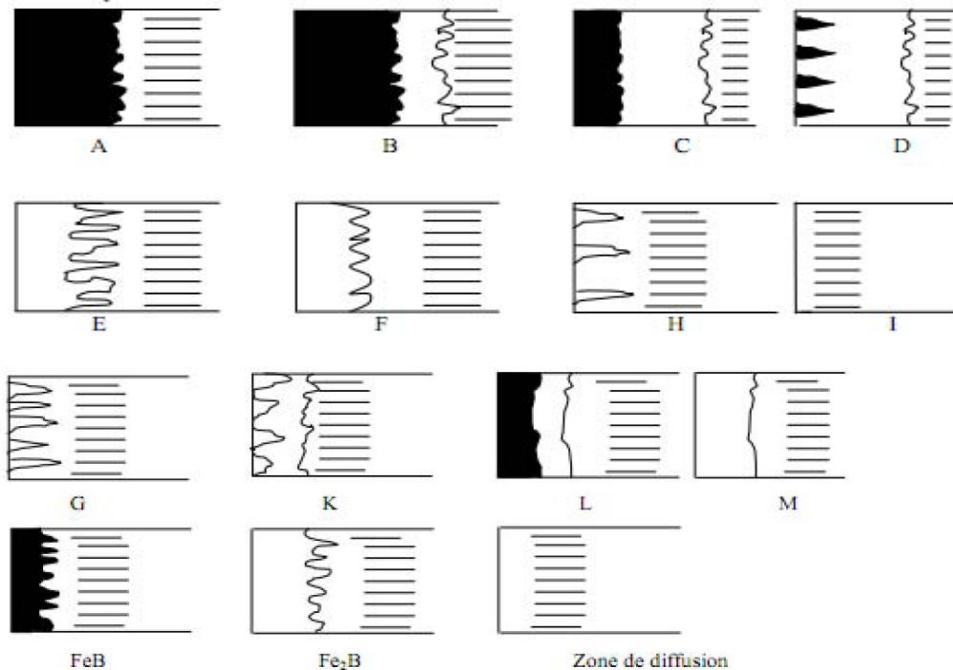


Figure I.3. Les différents types des couches borurées [6]

- A : couche monophasée, exclusivement FeB.
- B : couche biphasée formée de  $Fe_2B$  et FeB.
- C : couche biphasée, où l'épaisseur de la couche FeB est petite par rapport à celle de  $Fe_2B$ .
- D : couche biphasée, la couche FeB se présente se forme d'aiguilles isolées.
- E : couche monophasée, formée de  $Fe_2B$  dont la morphologie est en dents de scie.
- F : couche monophasée, exclusivement  $Fe_2B$ , moins dentée.
- G : couche  $Fe_2B$ , avec des aiguilles ayant des épaisseurs variables.
- H : couche  $Fe_2B$ , ayant des aiguilles isolées.
- I : zone de diffusion (exempte de borures).
- K : couche dégénérée.
- L : couche biphasée de FeB et de  $Fe_2B$ , avec une morphologie plane.
- M : couche monophasée formée de  $Fe_2B$ , avec une morphologie plane.

### Caractéristiques des borures FeB et $Fe_2B$ :

Les principales caractéristiques physico-chimiques et mécaniques des borures de fer  $Fe_2B$  et  $FeB$  sont regroupés dans le tableau I.2.

Propriété	$Fe_2B$	$FeB$
Température de Fusion ( $^{\circ}C$ )	1390	1550
Température de Curie ( $^{\circ}C$ )	742	325
Teneur en bore (% en masse)	8.83	16.23
Structure cristalline	Quadratique centrée	Orthorhombique
Paramètre du réseau (nm)	a=0.5078, c=0.4249	a=0.4053, b=0.5495, c=0.2946
Densité ( $g/cm^3$ )	6.75	7.43
Coefficient de dilatation thermique ( $10^{-6}/^{\circ}C$ )	7,65-9,2 aux environs de $800^{\circ}C$	23 dans la gamme de $200-600^{\circ}C$
Microdureté (HV)	1800-2000	1900-2100
Module d'élasticité (GPa)	590	285-295
Résistivité électrique ( $\mu\Omega \cdot cm$ )	10	20
Conductibilité thermique ( $W/m^{\circ}C$ )	20-30	10-20
Ténacité $K_{IC}$ ( $MPa^{1/2}$ )	3.3	2.7

Tableau I.2. Les propriétés physico-chimiques et mécaniques des borures du fer [2] [7] [8]

## 2.2. Les différents types de boruration :

Le traitement de boruration sur les pièces peut s'effectuer par trois voies : solide, liquide et gazeuse.

### *La boruration par voie liquide :*

Pour ce type de boruration, le traitement des pièces se fait dans un milieu liquide. La libération du bore vers la surface de la pièce traitée nécessite la réduction chimique du composé porteur de bore. Cette réduction peut s'effectuer soit par voie électrochimique sous l'application d'une tension, ou par voie chimique par addition d'un agent réducteur au bain de boruration [9].

### *La boruration par voie gazeuse :*

Dans ce type de traitement, la boruration est basée sur la décomposition thermique des composés volatils à base du bore. La décharge anormale est la technique utilisée, où l'intensité du courant appliqué croît avec la tension qui chute dans l'espace entourant la cathode (le substrat). Ce qui donne lieu à des

espèces ionisées qui sont accélérées vers la surface du substrat, provoquant ainsi un échauffement qui conduit à l'implantation des atomes du bore à la surface du substrat.

#### *La boruration par voie solide :*

Le traitement de boruration est effectué en utilisant une source du bore à l'état solide. La boruration avec du bore amorphe permet d'avoir des couches minces et poreuses. Les produits les plus utilisés dans ce traitement sont les poudres de bore, les poudres de ferrobore et les poudres des carbures de bore.

Les mélanges de poudres de compositions chimiques ci-dessous sont les plus utilisés à l'échelle industrielle [2].

- 5% B<sub>4</sub>C, 90% SiC, 5% NaBF<sub>4</sub>
- 5% B<sub>4</sub>C, 90% SiC, 5% KBF<sub>4</sub>
- 50% B<sub>4</sub>C, 45% SiC, 5% KBF<sub>4</sub>
- 85% B<sub>4</sub>C, 15% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- 95% B<sub>4</sub>C, 5% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- 84%B<sub>4</sub>C, 16%Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>.

### **2.3 Influence des éléments d'addition sur la boruration :**

#### *Le carbone :*

Vu que la solubilité du carbone est négligeable dans les borures, le carbone est rejeté au cœur du substrat lors de la croissance de la couche borurée entraînant la formation d'une sous couche riche en carbone et en borocarbure Fe<sub>3</sub> (B, C) et Fe<sub>23</sub> (B, C)<sub>6</sub>. L'augmentation de la teneur en carbone réduit ainsi l'épaisseur de la couche borurée.

#### *Le chrome :*

Cet élément présente une grande affinité pour le bore, il favorise donc la formation de la phase FeB au détriment de la phase Fe<sub>2</sub>B pour des teneurs croissantes en chrome. Pour des aciers alliés au chrome, en plus des borures de fer, on peut avoir la formation de deux types de borures de chrome (CrB et Cr<sub>2</sub>B). Le chrome réduit l'épaisseur des couches borurées, il aplanit l'interface (couche borurée /substrat) et modifie ses propriétés.

#### *Le manganèse :*

Le manganèse n'affecte pas les couches borurées, il se dissout dans le borure Fe<sub>2</sub>B plutôt que dans le borure FeB.

### *Le molybdène :*

La substitution partielle du fer par du molybdène dans les deux borures  $FeB$  et  $Fe_2 B$  entraîne la formation des complexes de type  $(Fe, Mo) B$  et  $(Fe, Mo) 2B$ . Ces composés entravent la croissance de la couche borurée obtenue, leur dureté est proportionnelle à la teneur en molybdène.

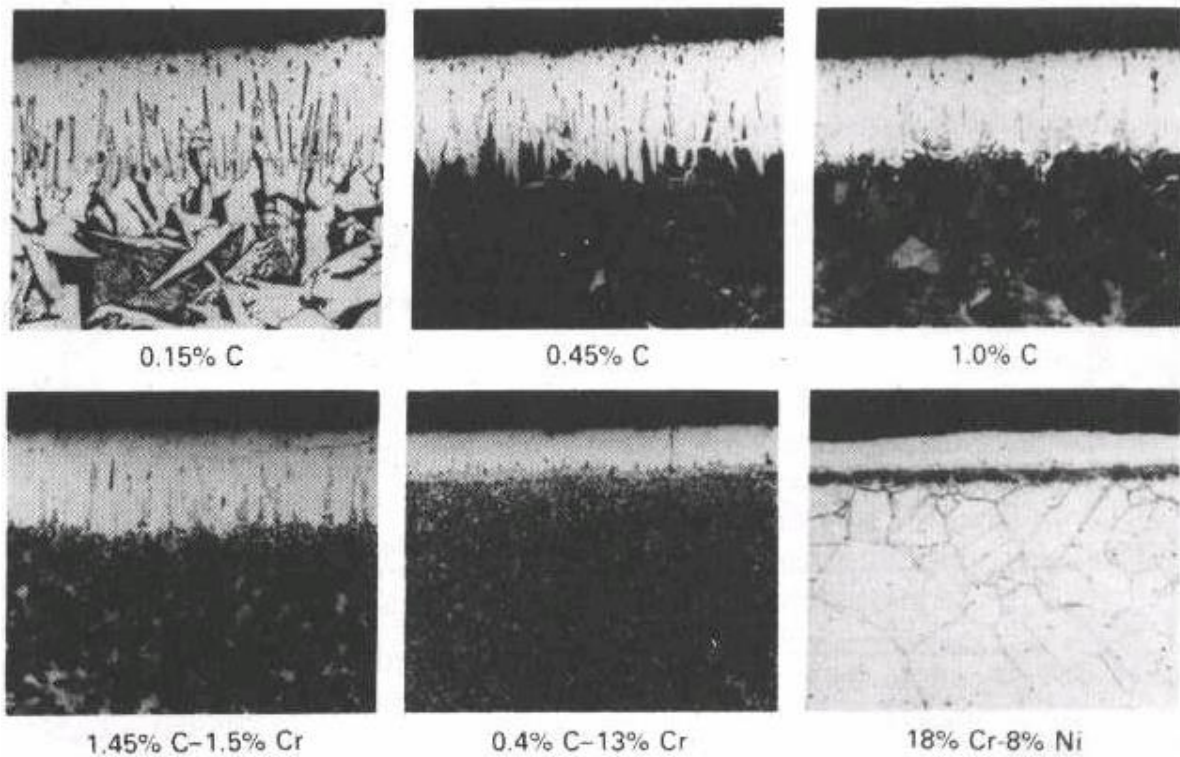
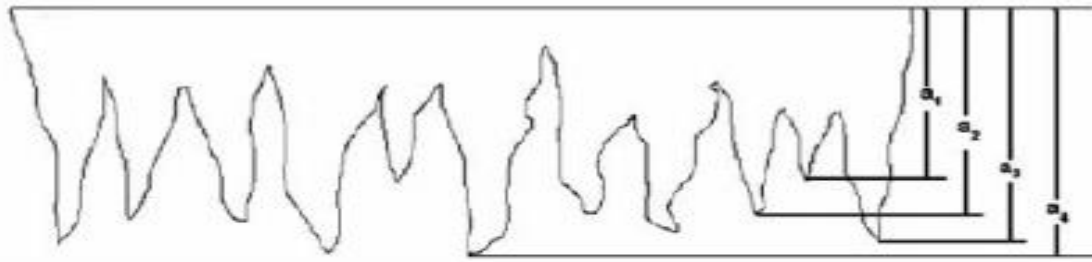


Figure I.4. Effet de la composition chimique de l'acier sur la morphologie et l'épaisseur de couche

### **2.4 .mesure de l'épaisseur des couches borurées :**

La mesure de l'épaisseur des couches borurées est rendue délicate par la présence d'une morphologie en dents de scie des couches borurées de type (E ou B). La longueur des aiguilles des borures dépend de la composition chimique de l'acier. La morphologie en dents de scie disparaît dans les cas où l'acier contient une grande concentration en éléments d'alliage de type (M ou L).



$$\text{Épaisseur moyenne} = \frac{\sum_{i=1}^n \alpha_i}{n}$$

**Figure I.5.** Représentation schématique montrant la détermination de l'épaisseur moyenne des couches borurées

La méthode consiste à mesurer sur un microscope optique ou sur le MEB, les longueurs des aiguilles et de prendre la longueur moyenne de ces aiguilles comme étant la valeur de l'épaisseur moyenne de la couche borurée à l'endroit sélectionné (**Fig. 1.5**)

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. la formation des couches borurées provoquent une augmentation du volume de la pièce traitée, qui correspond à environ 25 à 30% de l'épaisseur de la couche obtenue. C'est pourquoi, il faut tenir compte de ce changement dimensionnel lors de l'utilisation industrielle de ces pièces borurées.

### 3. Adhérence des couches :

De point de vue mécanique, l'adhérence d'un dépôt est sa capacité à rester solidaire du substrat lorsqu'il est soumis à des sollicitations de service .La quantification de cette notion reste possible à partir de tests de contrôles.

La force de liaison entre deux matériaux dépend de l'intensité des forces par unité de surface et de l'air de contact .Elles peuvent être d'origine électrostatique chimique ou mécanique.

Les liaisons électrostatiques s'affaiblissent rapidement avec la distance et sont contre carrées par l'interposition d'un corps diélectrique .les liaisons chimiques beaucoup plus fortes nécessitent une mise en contact initial des corps ayant par ailleurs une affinité chimique. Quant aux liaisons mécaniques ; créés lors de l'imprégnation d'une matrice d'une matrice poreuse ; ne jouent un grand rôle. [13]

#### *Adhérence, adhésion et caractérisation de l'adhérence des couches dures :*

Les dépôts durs obtenus par différents procédés procédé PVD, CVD, projection thermique et traitements thermo-chimiques représentent un fort potentiel pour l'amélioration des performances des pièces mécaniques. A titre d'exemple, la couche borurée présente d'excellentes caractéristiques mécaniques et un bon état de surface qui font d'elle un candidat idéal pour des applications tribologiques. Toutefois, son adhérence n'a pas été largement étudiée. Il est indispensable que le revêtement conserve son intégrité pendant toute sa durée d'utilisation. La décohésion du dépôt peut en effet avoir de graves conséquences. L'adhérence est donc un paramètre essentiel dans la fiabilité du revêtement qui constitue un axe de recherche de très grand intérêt depuis des décennies. Il est important de faire la distinction entre les deux termes « adhérence » et « adhésion » qui se traduisent tous les deux par le mot « adhesion » en anglais, mais qui n'ont pas la même signification.

L'adhésion représente la liaison qui crée l'adhérence d'une surface d'un matériau à un autre. Cette liaison est réalisée par les forces d'interactions situées à l'interface entre les deux matériaux: les forces de Van-Der-Waals (interaction physique) et les forces de type covalentes (interaction métallurgique) [11]. Alors que l'adhérence est une grandeur qui se mesure par des essais mécaniques visant à évaluer la force nécessaire pour séparer deux matériaux maintenus solidaires par adhésion. Elle caractérise la résistance à la rupture de l'interface entre les deux matériaux. L'adhérence et l'adhésion sont donc deux notions différentes, mais complémentaires. , on s'intéresse à l'essai le plus simple en mise en œuvre et le plus utilisé de nos jours, qui est le test de Daimler Benz Rockwell. Bien évidemment, il existe d'autres essais pour caractériser l'adhérence en l'occurrence, l'indentation interfaciale, le scratch test, l'essai de traction, et le pliage pour les revêtements soft.

Il existent plusieurs travaux qui ont été réalisés pour tester l'adhérence des couches de bore par différentes méthodes (scratch test) et l'une l'autre méthode pour évaluer l'adhésion des couches Daimler-Benz- Rockwell C

Des travaux ont été faits par Edgar E Vera Cárdenas et al. [12], sur la caractérisation et la performance des phases borures déposées sur des aciers de différents substrats. Les auteurs ont évoqué l'adhérence des couches utilisant le test Daimler-Benz-Rockwell C (Norme VDI 3198) qui représente une propriété distinctive du composé revêtu, qui est, l'adhérence interfaciale, ainsi que la fragilité du revêtement et sa cohésion. Ce test est de qualité rapide, retable et destructive. Le principe de cet essai est bien présenté par la figure I.6, le pénétrateur de forme conique en diamant, sous l'action d'un effort normal pénètre en surface, induisant ainsi une déformation plastique massive du substrat et de la rupture de la couche de borure. Les endommagements de la couche de borure sont comparés à la force d'adhérence des cartes de qualité HF1-HF6. En général, la force d'adhérence HF1 HF4- définit une adhérence suffisante, alors que HF5 et HF6 représentent une adhérence insuffisante.

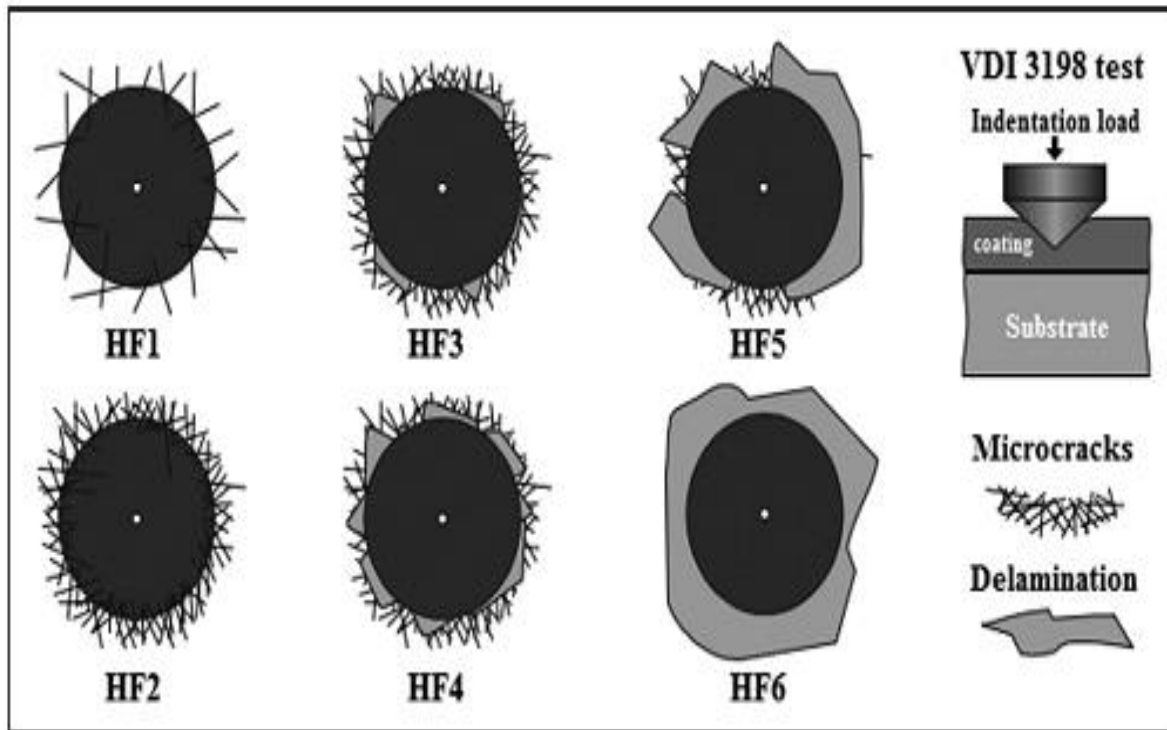


Figure I.6. Principe du test d'indentation VDI 3198.

### *3.1 Facteurs influant sur l'adhérence :*

#### **1 : Etat de surface :**

C'est un paramètre qui influe énormément sur le comportement des couches. Il a été montré que le niveau d'adhérence augmente de trois à quatre fois pour des revêtements déposés sur un substrat présentant une rugosité de l'ordre de 25% de l'épaisseur du revêtement. [13]

#### **2 : Techniques de déposition :**

Toute technique présente des avantages et des inconvénients vis-à-vis des exigences dont elle doit répondre. A titre d'exemple ; les couches déposées par projection thermique se caractérisent par une bonne adhérence (création de phases intermétalliques résultants du phénomène de diffusion) ; ce qui n'est pas le cas pour les couches déposées par imprégnation, solidaires uniquement par liaison mécanique.

#### **3 : contraintes résiduelles :**

Elles peuvent être de plusieurs ordres et origines : micro-contraintes à l'échelle du grain (générée durant le refroidissement), micro-contraintes affectant l'ensemble du dépôt et la contraction différentielle engendrée entre les divers matériaux, (différence des propriétés physiques et mécaniques).

Toute cette contrainte influence sur le comportement mécanique et thermique des pièces revêtues, un niveau des contraintes résiduelles de traction élevées, diminue la ténacité réelle du dépôt.

Si l'orientation de ces contraintes est défavorable, des fissures peuvent s'initier et se propager conduisant à une perte d'adhérence entre le revêtement et substrat. [13]

### *3.2 Techniques de mesure de l'adhérence des dépôts :*

Il existe de nombreuses méthodes de caractérisation de l'adhérence des dépôts .pour qu'un essai soit significatif il faut qu'il soit le plus reproductible que possible des conditions de service de la pièce.

Les essais classiques peuvent être classés en deux catégories [14]:

Les méthodes qualitatives et quantitatives.

#### **1. Méthodes qualitatives :**

A toutes ces méthodes sont attribuées des normes d'essai d'adhérences spécifiques.

On peut citer les essais de pliage, de brunissage, de choc (ou de martèlement) et de sectionnement (ou de quadrillage).

#### **2. Méthodes quantitatives :**

Ces méthodes reposent sur un principe qui consiste à appliquer une contrainte mécanique croissante au niveau de l'interface jusqu'à ce que celle-ci cède [14]. On suppose alors que les contraintes engendrées au niveau de l'interface sont uniformes.

Ces méthodes peuvent être divisées en deux groupes :

- A- les essais de traction.
- B- les essais d'indentation.

### A. Essai de traction :

Cet essai consiste à exercer une traction perpendiculairement au plan de l'interface par l'intermédiaire d'un élément quelconque (collé ou soudé). la principale difficulté rencontrée consiste à obtenir une contrainte uniforme sur surface sollicitée [15].

### B. Méthodes d'indentation :

L'indentation des solides par un outil pointu est un des sujets les plus considérés pour déterminer les propriétés mécaniques des matériaux. En effet, les essais d'indentation fournissent des éléments de compréhension des mécanismes mis en jeu par des phénomènes très divers : corrosion, usure fatigue, frottement, formation des rayures ...etc [15].

#### B-1 Test de rayures :

A l'aide d'un indenteur diamant, on effectue à la surface de l'échantillon soit une série de rayures à des niveaux de charges croissants, soit une rayure à charge croissante jusqu'à ce que le revêtement soit éliminé du substrat .cette charge est appelée charge critique ( $I_c$ ) et sert à caractériser l'adhérence. Elle est conditionnée par divers paramètres relatifs aux conditions d'essais aux caractéristiques du dépôt et celles du substrat[12].

#### B-2 Indentation normale statique :

Cette méthode consiste à faire pénétrer un indenteur dans un échantillon perpendiculaire à sa surface .Le chargement par un indenteur (pointu) conduit à la création d'une impression rémanente à la surface. un tel contact est de type élastoplastique et peut s'accompagner d'un système de fissuration de contact est de type radial « fissuration de Palmqvist », médiane et /ou latéral[15](figure 1.7)

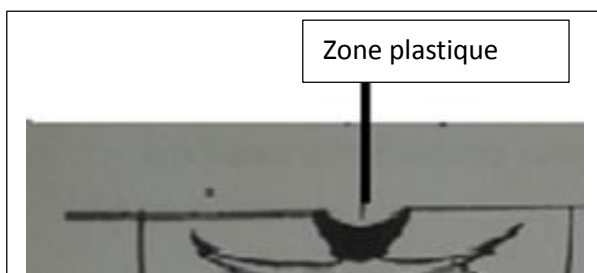




Figure I.7: Faciès d'indentation

a)-vue en coupe

b)-vue en dessus

### 3.3 Différents types de fissures :

Les fissures provoquées par l'indentation sont de deux types :

#### Fissures du premier ordre :

elles se forment dans les plans perpendiculaires à la surface de l'échantillon et sont responsables de la diminution de la résistance à la rupture par une sollicitation en flexion post-indentation. Elles se décomposent à leur tour en deux types de fissures :

- ✓ Les fissures médianes (figure I.7) qui s'enfoncent verticalement sous le point de contact par effet de la composante élastique du champ de contrainte produit par l'indenteur. Elles atteignent la maximale pour la valeur maximale de chargement [14].
- ✓ Les fissures radiales qui se développent en surface, tenant compte du symétrique de l'indenteur (à partir des angles de l'empreinte dans le cas d'un indenteur de géométrie pyramidale à base carrée

#### Fissure de second ordre :

Elles se produisent dans les plans parallèles à la surface de l'échantillon .elles se rapportent plus particulièrement aux problèmes de résistance des surfaces (érosion, usure). Ce type de fissure englobe aussi les fissures latérales qui se développent au déchargement de l'indentation entre les fissures radiales sous l'action des contraintes résiduelles, à partir des zones d'accommodation plastique.

Lorsque ces fissures coupent la surface de l'échantillon, elles conduisent à écaillage de la surface.

Bien que les fissures médianes et radiales soient engendrées par des systèmes de contraintes différentes, ce sont les plus importants et peuvent se recombinaison pour aboutir une fissure semi-elliptique (modèle half-penny)

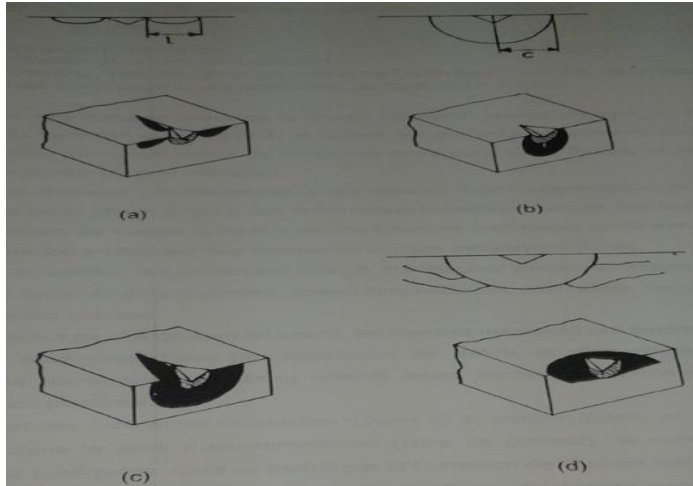


Figure I.8: différents types de fissures de l'indentation

a)-fissure radiale.

b)-fissure médiane.

c)fissure « half-penny ».

d)-fissure latérale.

# CHAPITRE II

## II. Matériaux et techniques expérimentales :

### 1. Matériau d'étude :

#### 1.1. Composition chimique :

L'acier de nuance 42CD4 norme AFNOR (4140 AISI) est un acier pour trempe et revenu, qui présente un bon compromis entre dureté et résilience à l'état trempé et revenu. La composition chimique est donnée par le tableau II.1

Tableau II.1. Composition chimique de l'acier 42CD4 en pourcent poids

C	Cr	Mo	Mn	Si	P	S
0.449	1.006	0.195	0.8	0.32	0.026	0.004

#### 1.2. Propriétés mécaniques :

Tableau II.2. Propriétés mécaniques de l'acier 42CD4

Etat	Diamètre de barre (mm)	Limite élastique Re min (MPa)	Résistance à la traction Rm (MPa)	Allongement A min (%)	Striction Z min %	Résilience (KV min)		Dureté HBW
						J	T (°C)	
Laminé	25-180							350
Recuit	25-180							241
Trempe et revenu	25-40	750	1000-1200	11	45	35	20	300-350
	40-100	650	900-110	12	50	35	20	270-320
	100-160	550	800-950	13	50	35	20	240-280
	160-180	500	750-900	14	55	35	20	220-270

#### 1. Boruration solide

Les échantillons utilisés dans cette étude ont été borurés dans un milieu solide utilisant une caisse en acier inoxydable réfractaire. La température de boruration est de 950°C durant 5h. Le mélange des poudres est composé de : 85% B<sub>4</sub>C + 15% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (activateur). Après boruration 950°C/5h, l'état de surface de l'échantillon (rugosité Ra) est de 1.29µm.

## 2. Préparation des échantillons

Les échantillons pour l'étude métallographique ont été découpés transversalement. Avant l'observation au microscope optique, les échantillons ont subi un polissage mécanique jusqu'à l'obtention d'un état miroir. Le polissage mécanique s'est effectué utilisant de papiers abrasifs de granulométrie croissante (de 280 à 1200) sur une polisseuse de type « Bitech Europe MP séries » (Fig.II.1). La finition est réalisée par une pâte diamantée à 1  $\mu\text{m}$ . Après finition, les échantillons enrobés sont attaqués par le nital à 2%.



Figure II.1. Schéma d'une polisseuse métallographique

Le microscope optique utilisé est de type « NIKON Eclipse LV 150N » (Fig. II. 2) équipé d'une caméra et relié à un micro-ordinateur, au niveau du laboratoire de l'ENSMM



Figure II.2. Schéma du microscope métallographique

## 3. Microdureté Vickers :

Les mesures de microdureté sont effectuées à l'aide d'un microduremètre Vickers de type Vickers « INOVATEST » (Fig.II.3) au niveau du laboratoire de l'ENSMM. La charge utilisée est de 100gf, la durée de chargement et déchargement est de 10 secondes.



Figure II.3. Schéma du Microduromètre Vickers

#### 4. Analyse des phases par Diffraction des Rayons X (DRX)

La caractérisation par DRX a été réalisée sur un diffractomètre de type « BRUKER D8 ADVANCE » (figure II.4). L'anticathode (source de rayons X) utilisée est en cuivre Cu ( $K\alpha = 0,154 \text{ nm}$ ). Pour les couches borurées nous avons utilisé un angle d'incidence ( $\omega = 5^\circ$ ) et  $2\theta$  varie de  $15$  à  $100^\circ$ . Les autres conditions de diffraction sont données par le tableau II.3. L'identification des différentes phases a été faite en se servant des fiches (PDF, ICDD).

Tableau II.3. Conditions de diffraction des rayons X

K-Alpha1 wavelength, ( $\text{Å}$ )	1.544
Generator voltage (KV)	45
Courant (mA)	30
Scan range	1.5 à 99.99
Scan step size	0.0167113



Figure II.4. Schéma du diffractomètre

## 5. Test d'adhésion par la méthode d'indentation Daimler-Benz Rockwell-C :

L'essai d'adhérence Daimler-Benz Rockwell-C a été utilisé pour évaluer l'adhérence des couches de borures. L'indentation Rockwell-C est prescrite par la norme VDI 3198, comme un test de qualité destructive pour les dépôts durs. Le principe de cette méthode est présenté par la figure II.5.

Une charge de 1471 N a été appliquée pour causer des dommages de revêtement adjacent à la limite de l'empreinte. La norme VDI 15 définit le modèle de HFI à HF4 comme une adhérence acceptable, et HF5 et HF6 que l'adhérence insuffisante du système de revêtement / substrat.

Trois indentations ont été réalisées pour chaque échantillon et la microscopie optique a été utilisée pour évaluer le test on utilisant le duromètre HRC du département de métallurgie de type « **INNOVATEST ZwickRowell** ».

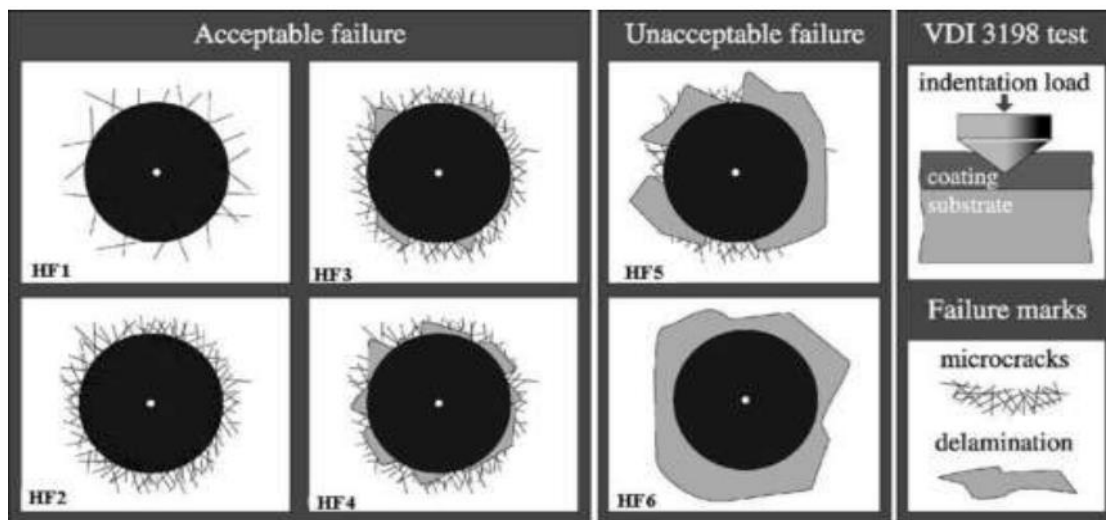


Figure II.5: Le principe du test d'indentation VDI 3198.

# CHAPITRE III

### III. Résultats expérimentaux et discussion :

#### 1. Microstructure :

La figure III.1 (a, b) montre les micrographies à différents grossissements de l'échantillon boruré à la température 950°C durant 5h de diffusion. Elles montrent en extrême surface la phase FeB et en sous couche la phase Fe<sub>2</sub>B dentelée suivies par une couche de transition puis la matrice non affecté par le processus diffusionnel.

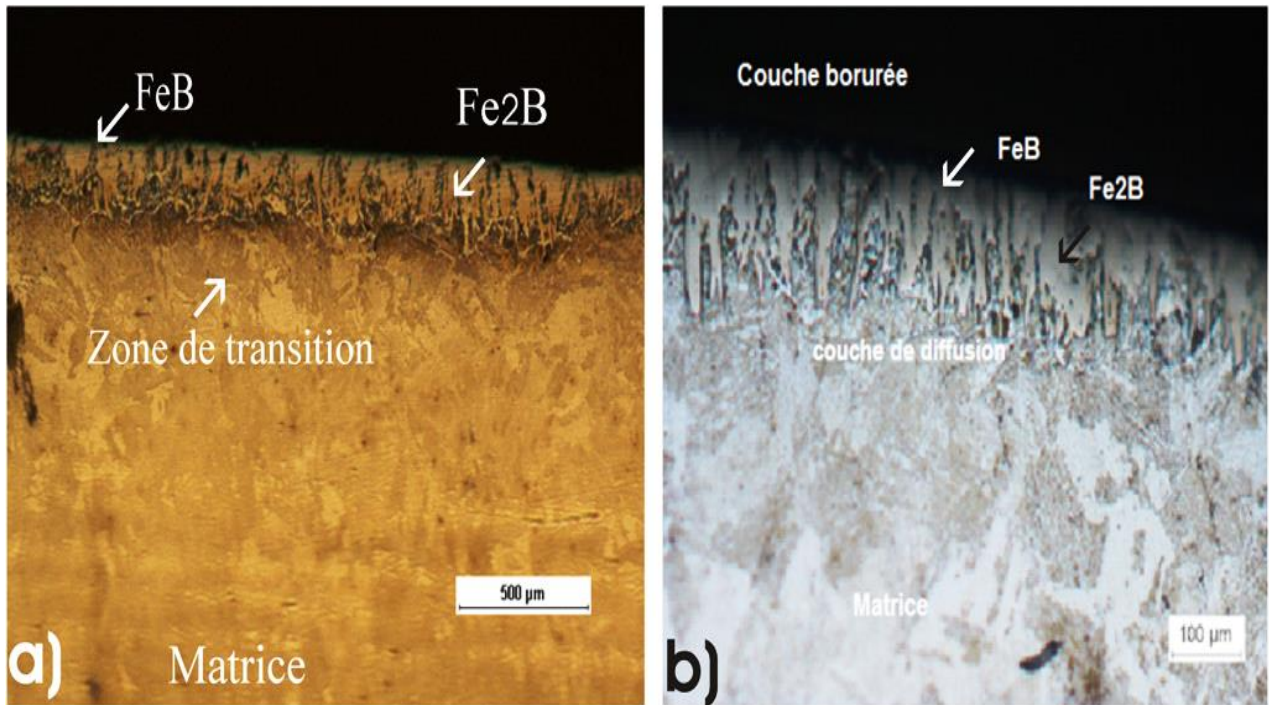


Figure III.1 (a, b). Micrographies de la structure de l'acier 42CD4 après boruration solide à 950°C/5h.

La mesure de l'épaisseur des multicouches borurées est présentée dans le tableau III.1.

Tableau III.1. Épaisseur des couches borurées

Procédé de boruration	FeB (μm)	Fe <sub>2</sub> B (μm)	Zone de transition (μm)
42CD4 boruré à 950°C/5h	20 ~ 35	40 ~ 50	45~ 80

## 2. Résultats de diffraction des rayons X :

L'analyse des spectres de diffraction des rayons X nous a permis d'identifier les couches formées après le traitement thermo-chimique de boruration en caisse (solide) de l'acier 42CD4 à 950°C pour des temps de maintien de 5h.

La figure III.2 montre le spectre obtenu dans les conditions de diffraction rasante à très faible angle (5°) dont le but de saisir toutes les phases formées en extrême surface et les couches sous-jacentes.

On observe des pics très intenses qui correspondent parfaitement aux plans de diffraction des phases  $FeB$  et  $Fe_2B$  en plus des phases  $CrB$  et  $MnB$ , en plusieurs angles, et en sous couches on note la présence de la couche de diffusion qui est formée de la ferrite qui apparaît en pics d'intensité très faible accompagnée de la phase cémentite. Ces phases forment la couche borurée.

Les travaux effectués par I. Uslu, H. Comert, M. Ipek, O. Ozdemir, C. Bindal en 2007, et par Sang Yul Lee, Gwang Seok Kim, Bum-Suk Kim en 2004 et M. Bektes, A. Calik, N. Ucar, M. Keddam en 2010 ; sur le 42CD4 boruré et d'autres nuances avec des teneurs en Cr et Mn proche, ont confirmé la présence de ces phases dures ( $CrB$  et  $MnB$ ).

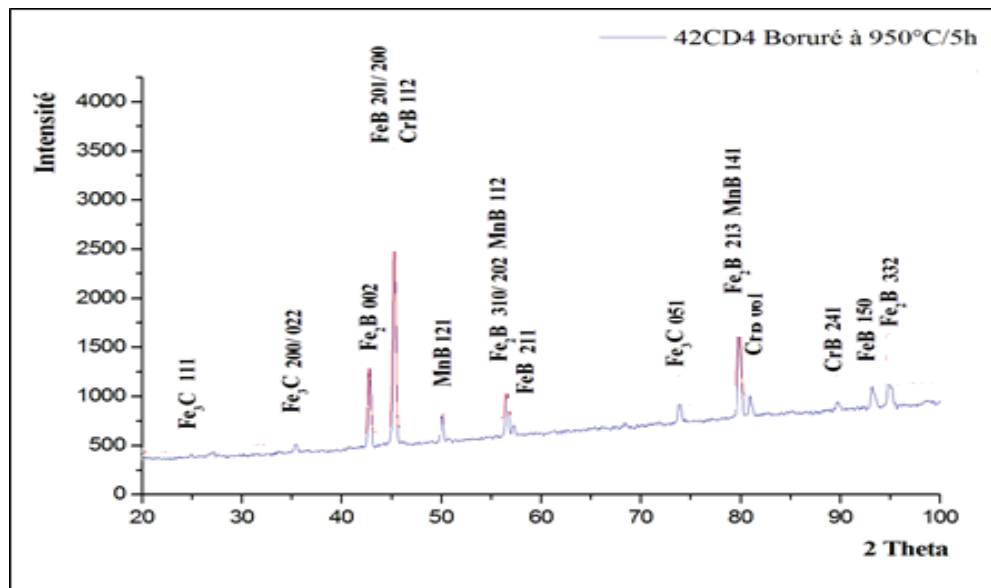


Figure III.2. Spectres de diffraction RX de l'acier 42CD4 dans les conditions de diffraction rasante.

Etant donné que la solubilité du carbone est négligeable dans les borures, le carbone est rejeté au cœur du substrat lors de la croissance de la couche borurée entraînant la formation d'une sous-couche riche en carbone et en borocarbure  $Fe_3(B,C)$  et  $Fe_{23}(B,C)_6$  [10]

### 3. Profils de microdureté

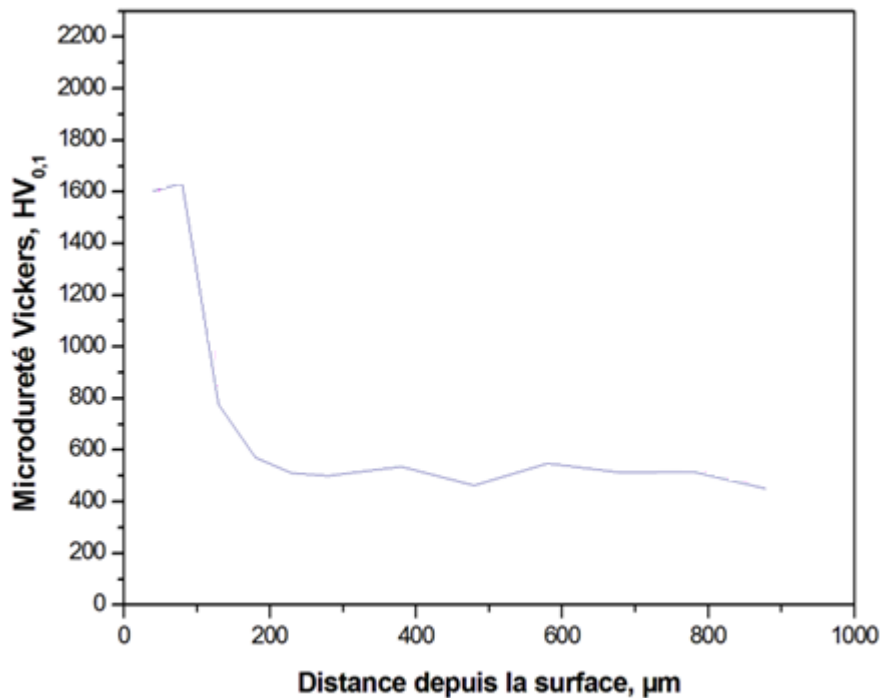


Figure III.3. Profil de microdureté de l'échantillon boruré à  $950^{\circ}C/5h$

La boruration permet de former en extrême surface une couche de borures de fer avec des microduretés de l'ordre de  $1600 HV_{0.1}$  pour temps de maintien de 5h. Le niveau de microdureté diminue en allant vers le substrat où sa dureté est de  $449HV_{0.1}$ . Le niveau important de dureté est due à la présence en extrême surface des phases  $FeB$ ,  $Fe_2B$ ,  $CrB$  et  $MnB$ .

#### 4. Evaluation de l'adhérence des couches borurées par la technique Daimler Benz Rockwell :

Pour pouvoir procéder aux tests d'adhésion utilisant l'essai Daimler-Benz Rockwell C, nous avons préparé les surfaces en effectuant des opérations de polissage mécanique utilisant un papier émeri. L'objectif de cette opération est d'évaluer l'adhésion des couches borurées. La préparation de la surface nous a permis de visualiser l'empreinte laissée par le cône en diamant, pour une force appliquée de 150Kgf. Autrement dit, l'état de surface nous a permis de détecter les fissures radiales tout autour de l'empreinte et ainsi la forme de l'empreinte. Des micrographies électroniques montrant des cratères d'indentation pour l'échantillon (42CD4) boruré à 950°C pendant 5 heures sont présentés sur la figure III.4. Les cratères d'indentation obtenus sur la surface ont révélé qu'il y avait des fissures radiales et transversales appelées ramifiées au niveau du périmètre de cratères d'indentation et une faible délamination, ainsi que la qualité de la force d'adhérence est liée au modèle HF1- HF3. Ces résultats montrent que l'adhérence des couches borurées est suffisante dans toutes les zones

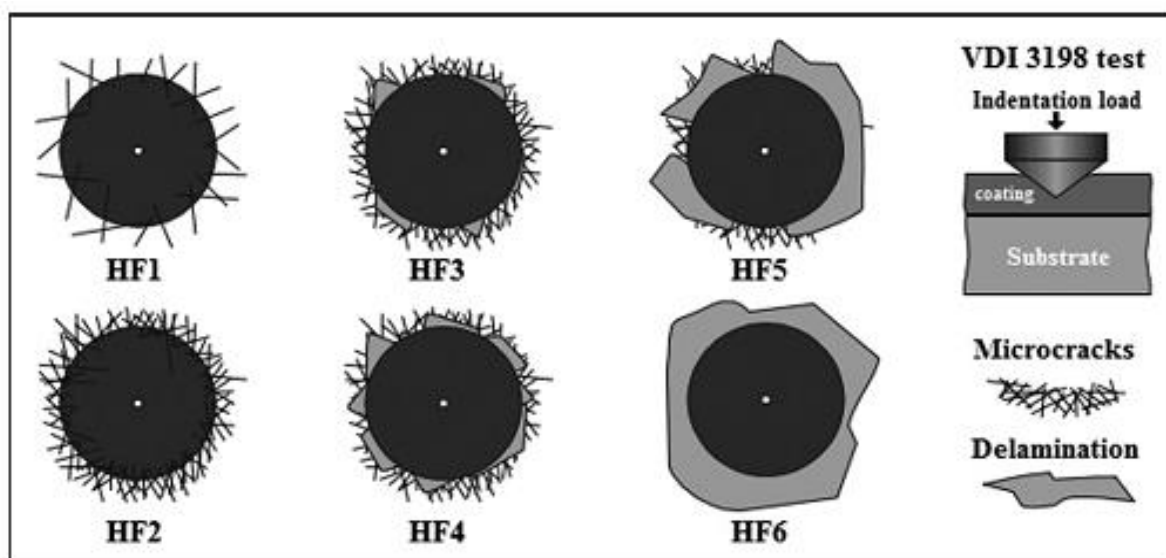
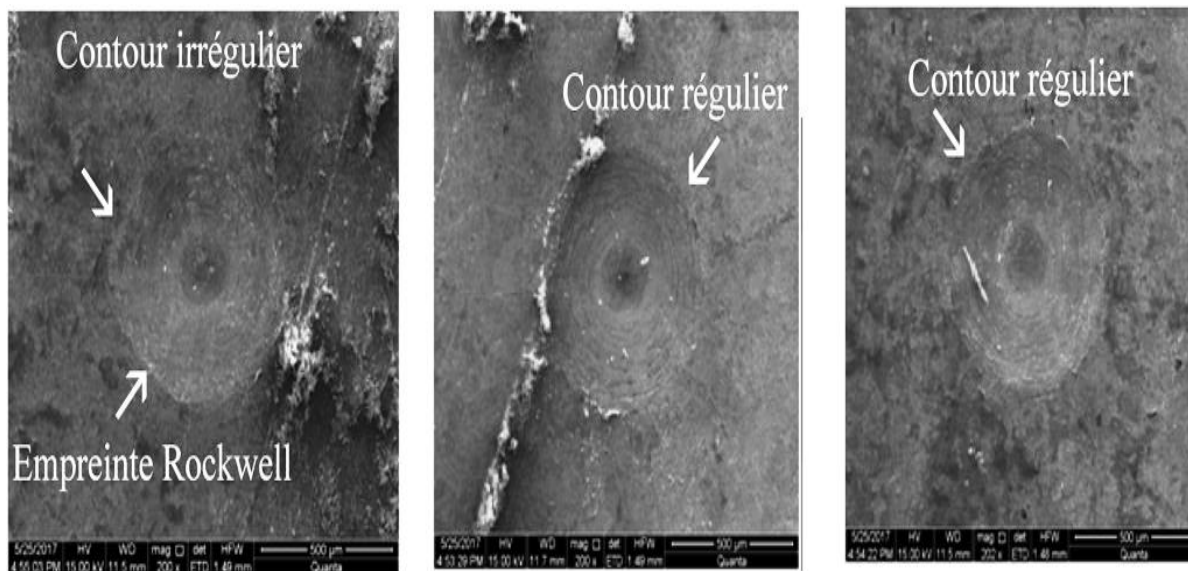


Figure III.4. Schéma montrant les modèles d'évaluation de l'adhérence des couches utilisant le test d'adhérence d'après Daimler-Benz Rockwell C proposé par Edgar E Vera Cardenas et al.

(Vol.8(2),2016) appliquant la norme Verein Deutscher Ingenieure Normen.VDI3198.Dusseldorf : VDI-Verlag,1991.



a)

b)

c)

Figure III.5(a;b;c). Micrographies optiques montrant les empreintes laissées par le test Daimler-Benz-Rockwell C sur l'acier 42CD4 boruré à 950°C pendant 5 h .Adhésion selon le modèle de type a- HF3-HF4, b-HF1-, c-HF1

Naissance des fissures  
transversales et radiales  
(ramifiées)

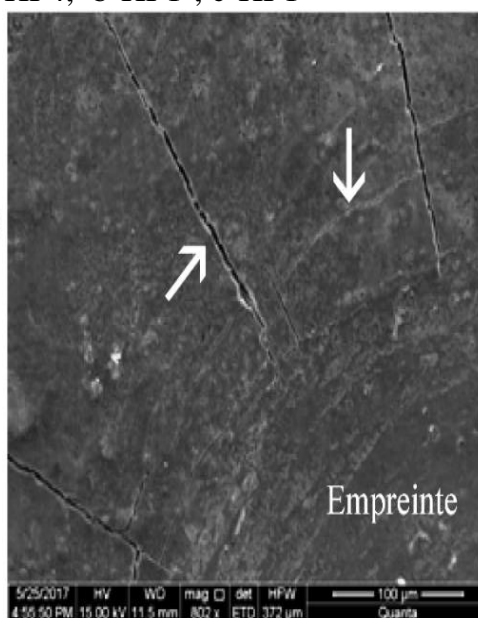


Figure III.6.Micrographie électronique montrant les empreintes laissées par le test Daimler-Benz-Rockwell C sur l'acier 42CD4 boruré à 950°C pendant 5 h. Présence des fissures ramifiées

## Conclusion :

De ce travail de recherche découle plusieurs conclusions :

1. La boruration en milieu solide réalisée à la température 950°C durant 5h de diffusion a donné une architecture microstructurale formée de multicouches FeB (en extrême surface), en sous couches la phase dentelée (Fe<sub>2</sub>B), et une zone de transition formée principalement de la ferrite, perlite, des borures (CrB, MnB) et des carbures Fe<sub>3</sub>(B,C) et Fe<sub>23</sub>(B,C)<sub>6</sub>.
2. Ces phases sont caractérisées par une extrême dureté de l'ordre de 1600HV<sub>0.1</sub>
3. Les tests d'adhérence utilisant la technique Daimler Benz Rockwell ont révélé que les couches borurées soumises à un effort normal (150Kgf) sont caractérisées par une adhérence suffisante (HF1-HF3) conformément à la norme standard VDI3198.

## Références bibliographiques :

- [1] : R. LEVEQUE, traitements et revêtements de surfaces des métaux, Dunod
- [2] : A.K. Sinha, Boronizing, Heat treatment- ASM International Handbook, Vol. 4 (1991), p.437.
- [3] : T.C. Lei, B.L. Jiang and W. Liu, Mater. Chem. and Physics 26 (5) (1990), p. 445.
- [4] : H. Okamoto, J. Phase Equilibria 25 (2004), p. 297.
- [5] : O. Kubaschewski, "Fe-B, Iron-Boron.", pp. 15-18 of volume Iron-Binary phase diagrams, Springer-Verlag, 1982.
- [6] : H.Kunst, O.Schaaber, Härtereitech-Mittellungen, 22 (1967), p. 275.
- [7] : E. Melendez, I. Campos, E. Rocha, M.A. Brron , Mater. Sci. Eng. A 234-236 (1997), p. 900.
- [8] : P. Dearnley, T. Bell, Surf. Eng. 1 (3) (1985) ,p.203.
- [9] : O. Allaoui, N. Bouaouadja, G. Saindernan, Surf. Coat. and Technol. 201 (2006),p. 3475.
- [10] : Interrupted Boriding of Medium-Carbon Steels, P. GOPALAKRISHNAN, P. SHANKAR, M. PALANIAPPA, and S.S. RAMAKRISHNAN
- [11] : Verein Deutscher Ingenieure Normen, VDI 3198. Düsseldorf: VDI-Verlag, (1991)1-8
- [12] : D.M.Mattox, D.A.Rigney « Mater.Sci.Eng, 83(1986)189-195.
- [13] : Mécaniques et procédés « traitement et revêtement de surface pour application tribologique »GAMI6CETIM, 1994.
- [14] : P.Krawzak, Essais mécaniques « caractérisation à long terme et ténacité ».