

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

جامعة عمار تليجي بالأغواط

UNIVERSITE AMAR TELIDJII LAGHOUAT

كلية العلوم والتكنولوجيا

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES

قسم الميكانيك

DEPARTEMENT DE MECANIQUE



Mémoire Présenter pour l'obtention du diplôme académique
de **Master**

Spécialité : Génie des Matériaux

Par : BELMECHERI KHAOULA

Sujet :

**Comparaison entre les couches de borures obtenues sur les aciers XC38
et 42CD4**

Soutenu le : 21/06/2023, devant le jury de :

Benhorma Hadj Aissa	Professeur	Président
Noureddine Moustafa	M C B	Examineur
Allaoui Omar	Professeur	Encadreur
Barkat Med Redouane	Ing. de Laboratoire	Co-Encadreur

Année Universitaire : 2022 / 2023

Sommaire

Résumé

Liste des Figures

Liste des Tableaux

Liste des Abréviations

Introduction Générale 2

Chapitre I : Etude Bibliographique

1.1 Introduction..... 4

1.2 Définition 4

1.3. Système Fe-B..... 4

1.3.1 Système d'équilibre binaire Fe-B 4

1.3.2 Les caractéristiques des borures FeB et Fe₂B..... 5

1.3.3 La boruration et les couches borurées de Fer..... 6

1.3.4 Morphologie des couches borurées 6

1.4 Techniques de Boruration 7

1.4.1 Boruration en milieu gazeux 7

1.4.2 Boruration en milieu liquide 8

1.4.2.1 Boruration électrochimique dans des sels fondus..... 8

1.4.2.2 Boruration thermochimique dans des sels fondus 9

1.4.3 Boruration en milieu Solide..... 9

1.4.3.1 La mise en œuvre 9

I.5. Conclusion..... 10

Chapitre II : Etude Expérimentale

II. Introduction..... 12

II.1. Matériaux d'étude..... 12

II.1.1. Acier XC38 12

II.1.2. Alliage 42CD4 13

II.2 Description du procédé de boruration par les poudres 13

II.2.1. Condition de la boruration 13

II.2.3. Boruration des échantillons 14

II.2.4. Polissage mécanique 15

II.3. Etude Métallographique..... 15

II.3.1. Enrobage et polissage des échantillons 15

II.3.2. Analyse par microscope optique.....	16
II.3.3. Analyse par microscope électronique à balayage.....	17
II.3.4. Essai de microdureté Vickers	18
II.3.5. Mesure de l'épaisseur de la couche borurée	19
II.3.5.1. Epaisseur moyenne pour l'acier XC38	19
II.3.5.2. Epaisseur moyenne pour l'acier 42CD4	20
II.4. Conclusion	20

Chapitre III : Résultats et Discussion

III. Introduction.....	22
III.1. Analyse par microscope optique.....	22
III.2. Analyse par microscope électronique à balayage.....	22
III.3. Essai de microdureté Vickers	24
III.4. Mesure de l'épaisseur de la couche borurée	25
II.4. Comparaison des résultats	27
Conclusion Générale.....	29
Références	

Liste des Figures

Figure 1 : Diagramme d'équilibre du système binaire Fe-B	4
Figure 2 : Type des couches borurées	6
Figure 3 : Micrographie optique d'une coupe transversale de la couche borurée	7
Figure 4 : Méthode utilisée pour mesurer l'épaisseur de la couche borurée.....	7
Figure 5 : Découpage des échantillons XC38 et 42CD4.....	14
Figure 6 : Mélange de boruration (5% NaBF ₄ + 5% B ₄ C + 90% SiC).....	14
Figure 7 : Four électrique à moufle pour le traitement de boruration	14
Figure 8-a Disposition des échantillons à l'intérieur du creuset.....	15
Figure 8-b creuset préparé pour introduction dans le four.....	15
Figure 9 : XC38 après traitement.....	15
Figure 10 : 42CD4 après traitement.....	15
Figure 11 : Résine + durcisseur pour l'enrobage des échantillons.....	15
Figure 12 : Echantillon (XC38 + 42CD4) enrobé.....	16
Figure 13 : Microscope Optique (Laboratoire de génie de procédé).....	16
Figure 14 : Microscope électronique à balayage de type TESCAN VEGA3	17
Figure 15 : Pénétrateur utilisé lors de l'essai de micro-dureté Vickers et la vue de dessus de l'empreinte laissée sur la surface de l'échantillon	17
Figure 16 : Testeur de dureté micro-Vickers.....	18
Figure 17 : Méthode de mesure de la couche borurée (C38)	19
Figure 18 : Méthode de mesure de la couche borurée (42CrMo4)	19
Figure 19 : Micrographie optique de la couche borurée de l'acier XC38 traité pendant 4h pour une température 950°C.....	20
Figure 20 : Micrographie optique de la couche borurée de l'acier 42CD4 traité pendant 4h pour 950°C.....	22
Figure 21 : Micrographie MEB de la section droite de l'acier XC38 boruré à 950°C pendant 4 heures	22
Figure 22 : Micrographie MEB de la section droite de l'acier 42CD4 boruré à 950°C pendant 4 heures	23
Figure 23 : Essai de dureté Vickers pour XC38	23
Figure 24 : Essai de dureté Vickers pour 42CD4	24
Figure 25 : Variation des valeurs de micro-dureté des deux échantillons (XC38 + 42CD4)	24
Figure 26 : Micrographie MEB de la section droite de l'acier XC38 boruré à 950°C pendant 4 heures	25
Figure 27 : Micrographie MEB de la section droite de l'acier 42 CD4 boruré à 950°C pendant 4h.....	26
Figure 28 : Variation des valeurs des épaisseurs des couches borurées	26
Figure 29 : Variation des valeurs des épaisseurs des couches borurées.....	27

Liste des Tableaux

Tableau 1 : Solubilité du bore dans le fer à différentes températures	5
Tableau 2 : principales caractéristique des borures FeB et Fe₂B	5
Tableau 3 : Propriétés des composes sources de bore dans la boruration en milieu gazeux....	8
Tableau 4 : Valeur de micro dureté des aciers (C38 et 42CrMo4)	25
Tableau 5 : Epaisseurs moyennes des aciers traités	27
Tableau 6 : Comparaison des résultats obtenues sur les deux aciers traités.....	27

Liste des Abréviations

B₄C : Borax, comme source de bore

NaBF₄ : Tétrafluoroborate de sodium

MEB : Microscope électronique à balayage

MO : Microscope optique

MHV : Micro dureté Vickers

SiC : carbure de silicium

PPM : partie par masse

µm : micromètre

Résumé

L'objectif de ce travail est la comparaison entre les couches borurées d'un acier au carbone et un alliage de même pourcentage au carbone, par le traitement de boruration afin d'avoir la différence des propriétés physico-chimiques et mécaniques de ces deux aciers après traitements. Nous avons d'abord effectué une étude bibliographique sur l'essentielle du traitement de la boruration ainsi que les propriétés physico-chimiques et mécaniques des couches borurées. Dans la partie expérimentale ; on a réalisé le traitement de boruration sur les aciers XC38 (C35) et 42CD4 (42CrMo4), et on a caractérisée les échantillons borurés (XC38 et 42CD4) par les techniques d'analyses suivantes : Microscopie optique, Microdureté Vickers et la microscopie électronique à balayage. Les résultats expérimentaux obtenus ont montré l'effet du temps de traitement et la température de boruration sur les propriétés physico-chimiques des couches borurées formées sur l'acier XC38 et 42CD4.

Mot clés : Boruration, couches borurées, boruration en milieu solide, XC38, 42CrMo4

Abstract

The objective of this work is to compare the boronized layers of a carbon steel and an alloy with the same percentage of carbon, through boriding treatment in order to determine the differences in their physio-chemical and mechanical properties after treatment. Firstly, we conducted a literature review on essential aspects of boriding treatment as well as the physio-chemical and mechanical properties of borided layers. In the experimental part, we performed boriding treatment on XC38 (C35) and 42CD4 (42CrMo4) steels, and characterized the borided samples (XC38 and 42CD4) using the following analysis techniques: Optical microscopy, Vickers microhardness testing, and scanning electron microscopy. The experimental results obtained showed the effect of treatment time and temperature on the physio-chemical properties of borided layers formed on XC38 and 42CD4 steels.

Keywords: Boriding, borided layers, solid-state boriding, XC38, 42CrMo4.

ملخص

يهدف هذا العمل إلى مقارنة طبقات البوريدة لفولاذ الكربون وسبيكة بنفس نسبة الكربون، من خلال معالجة البوريدة للحصول على الفروق في الخصائص الفيزيائية والكيميائية والميكانيكية لهذين الصلبين بعد المعالجة. قمنا بدراسة مراجعة حول معالجة البوريدة والخصائص الفيزيائية والكيميائية والميكانيكية للطبقات البوريدة. في الجزء التجريبي ، قمنا بمعالجة البوريدة على فولاذ XC38 (C35) و 24CD4 (42CrMo4) ، وقمنا بتوصيف العينات المبوردة (XC38 و 24CD4) باستخدام تقنيات التحليل التالية: المجهر الضوئي ، صالبة فيكرز الميكروية والمجهر الإلكتروني الماسح. أظهرت النتائج التجريبية التي تم الحصول عليها تأثير وقت المعالجة ودرجة حرارة البوريدة على الخصائص الفيزيائية والكيميائية للطبقات البوريدة المتشكلة على فولاذ XC38 و 24CD4.

الكلمات الرئيسية: بوردة، طبقات البوريدة، بوردة في وسط صلب، XC38، 24CrMo4

Remercîments

Je remercie en premier lieu **ALLAH** le tout puissant de nous avoir donné le courage et la volonté pour réaliser ce travail.

« **Quiconque ne remercie pas les gens ne remercie pas Allah** »

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude aux membres de ma famille, grâce à leur aide, mon travail est terminé.

Je remercie profondément mon promoteur Monsieur **ALLAOUI Omar** qui m'a orienté et donné des conseils pour ce travail.

Je remercie les membres du jury monsieur **BENHORMA Hadj Aissa** et monsieur **NOUREDDINE Moustafa** qui me font l'honneur d'examiner et de critiquer ce travail.

Je tiens à remercier mon Co-promoteur Monsieur **BARKAT Redouane** pour sa patience ainsi que son aide et gentillesse, aussi les membres du laboratoire de Génie des procédés pour leur services et gentillesse.

Je remercie énormément tous mes enseignants.

Mes remerciements vont également à tous ceux et celles de, près ou de loin, m'ont porté aide et encouragements.

DEDICACE

Je dédie ce travail

*A ceux qui ont attendu avec patience les fruits de sa bonne
éducation... ma Mère et mon Père*

A mes chères sœurs

A mes chers frères : Mohammed El Amine, Djalal El Dine

A mes chères amies : Dhia Konouz, Anaghime, Sondos.

A tous ceux qui comptent pour moi.

Introduction Générale

Introduction Générale :

Des traitements de surface améliorés sont essentiels pour rendre les pièces mécaniques plus utilisables. Puisqu'ils permettent la création de pièces plus légères et plus résistantes à des conditions telles que la corrosion, l'usure, la fatigue, etc., ils contribuent également à économiser de l'énergie et des matériaux.

Ils traitent avec une grande famille de procédures dont le but est d'améliorer les performances mécaniques des pièces traitées.

Cette famille se caractérise par des procédés conventionnels comme la carburation, la nitruration et la boruration, qui sont au centre de nombreux développements en ce moment en réponse aux spécifications plus exigeantes des concepteurs.

Pour maîtriser les processus thermochimiques, il faut connaître les informations de base suivantes :

1. Reconnaître les phénomènes en jeu pour les maîtriser.
2. Permettre la modélisation de ces phénomènes pour créer des techniques de contrôle des processus.

L'un de ces procédés est la boruration, un procédé thermochimique de surface qui existe depuis 1895 grâce aux travaux de Moisson qui ont été utilisés dans diverses applications industrielles dans les années 1970.

L'un des traitements de surface qui a attiré l'attention de nombreux chercheurs est l'arrondissement, ou l'ajout d'atomes de bore à la surface des matériaux traités pour créer des couches de borure avec de bonnes propriétés mécaniques et chimiques.

Les aciers ont une dureté de surface élevée qui est maintenue à des températures élevées, une bonne résistance à l'usure adhésive et abrasive, et une résistance accrue à l'attaque par les acides et les métaux fondus grâce à ce traitement, qui est applicable à la fois ferreux et non alliages ferreux à base de Ni, Ti, Co, etc.

Le travail actuel compare les couches de borures obtenues sur les aciers XC38 et 42CD4 ; pour rendre compte des travaux effectués au cours de ce mémoire et des résultats obtenus, nous avons structuré ce mémoire en trois chapitres :

- Dans le premier chapitre de ce travail, une étude bibliographique sur les différents aspects de la boruration.
- Le deuxième chapitre est consacré à la diffusion du bore dans les aciers XC38 et 42CD4 ; auquel tous les travaux expérimentaux de boruration ont été réalisés au niveau du laboratoire de génie des procédés à l'université de Laghouat, ces travaux vont servir à la validation des résultats de comparaison.
- Le troisième chapitre ; une conclusion générale et des perspectives clôturent ce mémoire.

Chapitre I :

Etude Bibliographique

1.1 Introduction

Le procédé par lequel les borures sont produits est appelé boruration : c'est un procédé de diffusion par lequel une ou plusieurs phases intermétalliques sont obtenues en diffusant le bore dans la surface des matériaux métalliques. [1]

Le procédé de boruration consiste à placer les pièces à traiter dans un milieu très riche en bore, puis à les mettre dans des fours à haute température. Le bore peut être apporté à la surface des pièces traitées par une réaction chimique ou électrochimique entre le milieu contenant du bore et la surface de la pièce traitée. Le milieu contenant du bore peut être gazeux, liquide ou solide. En fonction du milieu contenant le bore, plusieurs procédés et techniques ont été développés pour la réalisation des couches de borures. [2]

La boruration est un procédé de diffusion thermochimique. La surface d'une pièce est enrichie en bore à des températures de traitement entre 800 à 1000°C. La dureté élevée, mais également la structure particulière de la couche, produisent une très grande résistance à l'usure. [1, 3]

1.2 Définition

L'ajout d'atomes de bore à la surface du substrat est un traitement de surface thermochimique appelé boruration. Il fonctionne avec de nombreux types de matériaux. Les couches borurées obtenues par ce traitement sont bien connues pour leur excellente résistance à l'usure et à la corrosion dans une variété de milieux agressifs, en particulier dans les acides et les métaux fondus.

1.3. Système Fe-B

1.3.1 Système d'équilibre binaire Fe-B :

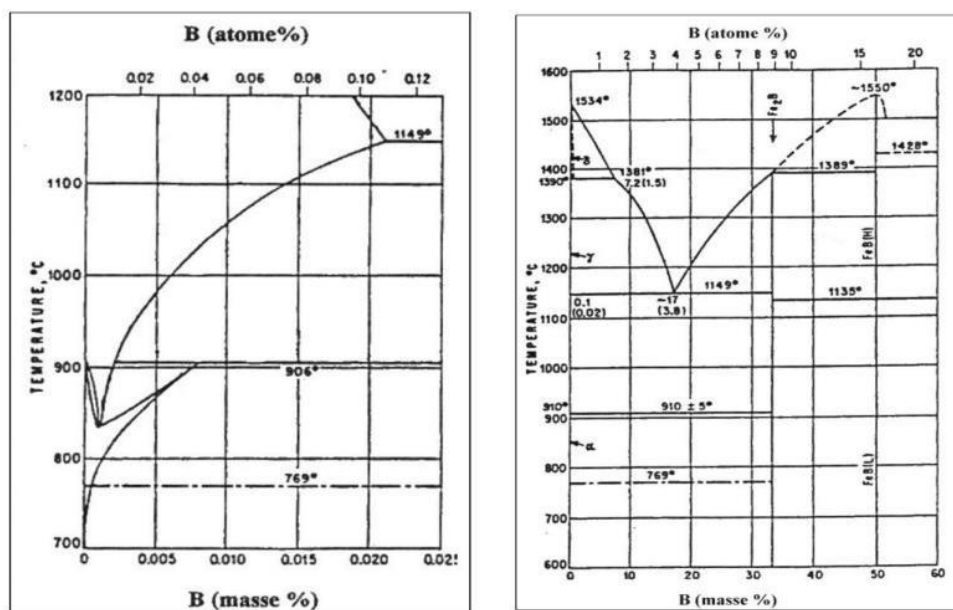


Figure 1 : Diagramme d'équilibre du système binaire Fe-B [4]

La diffusion du bore dans le fer forme une solution solide, dont la nature reste un sujet de controverse entre les chercheurs, à la suite de diverses investigations donnant des résultats parfois contradictoires. Cependant, la majorité des résultats obtenus montre que le bore se dissout dans les sites interstitiels de la phase γ et en substitution dans la phase α . Toutefois le bore est très peu soluble dans le fer comme indiqué dans le Tableau 1 :

Tableau 1 : Solubilité du bore dans le fer à différentes températures [3]

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

Le bore et le fer forment ensemble les borures FeB et Fe₂B

1.3.2 Les caractéristiques des borures FeB et Fe₂B :

Les principales caractéristiques physico-chimiques et mécaniques de borure FeB et Fe₂B présentées dans le tableau 2 :

Tableau 2 : principales caractéristique des borures FeB et Fe₂B [5]

Propriété	FeB	Fe ₂ B
Température de fusion (°C)	1550	1390
Température de curie (°C)	325	742
Masse volumique (kg/m ³)	7430	6750
Teneur en bore (%)	16.23	8.83
Conductibilité thermique (W/mC)	10-20	20-30
Résistivité électrique ($\mu\Omega/m$)	2000	1000
Module d'élasticité (GPa)	285	590
Ténacité K_{IC} (MPa ^{1/2})	2.7	3.3
Dureté (HV)	1900-2100	1800-2000

1.3.3 La boruration et les couches borurées de Fer :

L'agent de boruration et les paramètres du procédé permettent de déterminer le type et la qualité de la couche borurée. [1]

1.3.4 Morphologie des couches borurées :

La morphologie de la couche borurée, qu'elle que soit monophasée ou biphasée, dépend de la composition chimique du substrat, de l'agent de boruration, des paramètres qui contrôlent le procédé utilisé.

La figure 2.1 représente un système d'évaluation des couches borurées

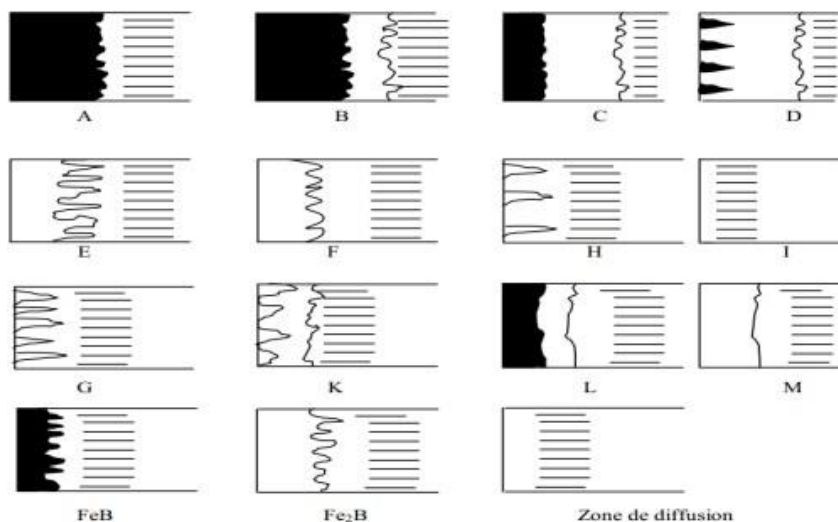


Figure 2 : Type des couches borurées [1]

Les types de couche individuels sont caractérisés comme suit :

- Couche A : couche monophasée, exclusivement FeB.
- ≡≡ B : couche biphasée de Fe₂B et FeB (couche complète).
- ≡≡ C : couche biphasée, couche FeB plus fine que dans la couche B.
- ≡≡ D : couche biphasée, mais dents FeB isolées.
- ≡≡ E : couche monophasée, exclusivement Fe₂B, fortement "dentée".
- ≡≡ F : couche monophasée, exclusivement Fe₂B, moins dentée.
- ≡≡ H : couche de dents Fe₂B très isolées.
- ≡≡ I : zone de diffusion.

Ce système d'évaluation permet de juger l'apparence de la couche de borure et de l'adéquation d'un procédé de boruration.

1.3.5 Mesure de l'épaisseur des couches borurées :

La mesure de l'épaisseur des couches borurées est rendue problématique à cause de la forme aciculaire de ces couches. La longueur des dents de borure dépend de la nature de l'acier. Il est difficile de les mesurer expérimentalement par un microscope optique ; cette difficulté due à la nature et à la structure de l'interface du substrat. [6]

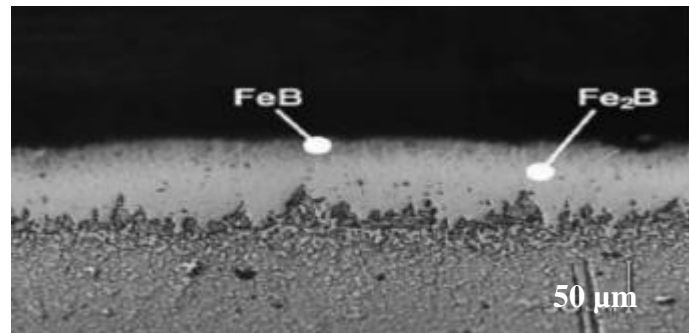


Figure 3 : Micrographie optique d'une coupe transversale de la couche borurée. [8]

La figure 3, indique la présence de FeB et Fe₂B, dans un acier borurée à 1273°C durant 6h avec la pâte de bore).

La méthode proposée par Kunst consiste à mesurer sur un microscope optique les longueur des deux pics les plus profonds et celles des deux pics les moins profonds et de prendre la longueur moyenne de ces quatre aiguilles comme étant la valeur de l'épaisseur de la couche borurée à l'endroit sélectionné ; Figure 4 [7, 8]

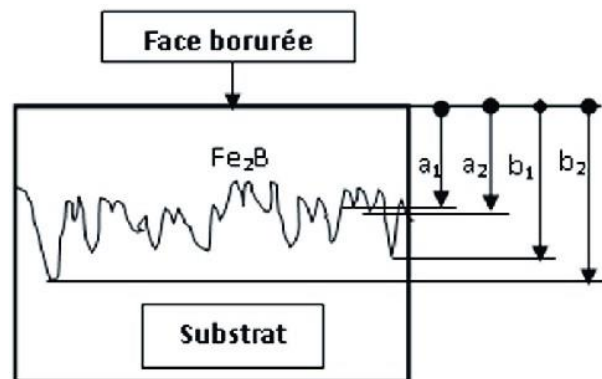


Figure 4 : Méthode utilisée pour mesurer l'épaisseur de la couche borurée

1.4 Techniques de Boruration

Diverses techniques de diffusion du bore dans les métaux ; prendre note des techniques courantes de boruration :

1.4.1 Boruration en milieu gazeux :

La décomposition ou la dissociation thermique des composés volatils du bore produit une boruration gazeuse. Les halogénures de bore, les diboranes et les tri-méthyles sont des gaz qui pourraient pousser le bore à la surface des matériaux traités.

Les avantages d'une boruration gazeuse comprennent une manipulation plus facile (pas de nettoyage ultérieur), une meilleure stabilité de la température dans une charge par rapport au procédé avec des agents de type poudre, et un bore plus uniformément perturbé par la circulation des gaz. [1]

Le Tableau 2 regroupe les principaux produits utilisés dans la boruration gazeuse :

Tableau 3 : 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 sensible à l'humidité [1, 9]
Trichlorure de bore	BCl ₃	117,19	9,23	-107,3	13	
Triboromure de bore	BBr ₃	250,17	4,32	-46	90,01	
Diborane	B ₂ H ₆	27,69	39,08	-165,5	-92,5	Très toxique et sensible à l'humidité [10, 11]
Bore triméthyl	(CH ₃) ₃ B	55,92	19,35	-161,5	-20	Provoquent la cémentation en même temps que la boruration [1]
Bore triéthyl	(C ₂ H ₅) ₃ B	98,01	11,04	-95	95	

1.4.2 Boruration en milieu liquide :

Dans la boruration en milieu liquide, la libération du bore qui se dirige vers 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 thermochimique en ajoutant un agent réducteur aux bains de boruration.

1.4.2.1 Boruration électrochimique dans des sels fondus :

Le processus de boruration électrochimique dans des sels fondus implique l'immersion du matériau métallique dans un sel fondu contenant des composés de bore, qui est ensuite soumis à un courant électrique. La polarité de l'électrode est inversée à des intervalles réguliers pour éviter la formation de bulles de gaz et assurer une distribution uniforme des ions de bore sur la surface du matériau métallique.

Le principal avantage de la boruration électrochimique dans des sels fondus est qu'elle permet un contrôle précis de l'épaisseur et de la composition de la couche de borure. De plus, ce processus peut être utilisé à des températures plus basses que la boruration thermochimique, ce qui peut réduire les coûts et le temps de traitement.

1.4.2.2 Boruration thermochimique dans des sels fondus :

Les températures élevées (supérieures à 700 °C) sont habituellement utilisées dans le processus thermochimique de la boruration des solides pour permettre la fusion des solides et la diffusion des composés dans le métal. Les trois principaux composants fréquemment utilisés dans la boruration thermochimique sont le borax, le fluorure de fer et le chlorure de fer.

L'avantage de la boruration thermochimique dans des sels fondus est qu'elle peut produire des couches de borure très résistantes à l'usure et à la corrosion, qui peuvent améliorer considérablement la durée de vie des pièces métalliques. En outre, le procédé peut être utilisé pour une grande variété de métaux, y compris l'acier, le titane, l'aluminium et le magnésium.

1.4.3 Boruration en milieu Solide :

Il existe deux méthodes de boruration à l'état solide ; méthode des poudres et la méthode des pâtes. Notre travail se limite à la présentation de la méthode de la poudre.

1.4.3.1 La mise en œuvre :

Le traitement de boruration est effectué en utilisant une source de 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 Ferro-bore et les poudres des carbures de bore.

Il s'agit de mettre une poudre contenant le bore en contact avec le substrat à borurer. Ce contenant est ensuite placé dans un four durant un certain temps (1 à 12 h), à une certaine température (entre 700 et 1000°C). Sous l'effet de la température, les atomes de bore diffusent à travers l'acier et forment de nouvelles couches (FeB et Fe₂B) [7]

Il est également possible d'utiliser une pâte à la place de la poudre. Cette pâte est constituée généralement de B₄C comme source de bore. Le traitement thermique est le même que dans le cadre de la méthode précédente. L'acier est enduit de pâte et placé dans un four durant un temps et à une température déterminée au préalable. Cette technique possède l'avantage de pouvoir traiter une partie de la pièce, permettant une économie d'énergie et de matières premières. Néanmoins, cela nécessite une atmosphère inerte ou une pâte protectrice supplémentaire afin d'éviter l'oxydation de la pâte de boruration. [12]

Le ciment utilisé dans ce procédé est constitué de ces principaux composants :

La source de bore : doit être sous forme de poudres très fines et très riche en bore, qui après sa libération va diffuser dans la couche superficielle du substrat.

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

Le diluant : composé inerte chimiquement, ajouter pour empêcher le frittage de ce ciment. Les composés les plus utilisés comme diluant sont l'alumine Al₂O₃ et le carbure de silicium SiC, qui sont caractérisés par une température de fusion très élevée. La proportion de celui-ci doit être supérieure à 50% pour des raisons économiques.

I.5. Conclusion

La technique de boruration est utilisée pour réaliser des couches dures qui résistent à l'usure et à la corrosion. Elle peut être effectuée soit en phase solide, liquide ou gazeuse.

La boruration est avantageuse par rapport aux autres procédés de traitement de surfaces des matériaux. Le mode opératoire est simple et nécessite peu de moyens d'équipements pour la boruration solide utilisant les mélanges de poudres.

On peut réaliser avec cette technique des couches bourrées monophasées ou biphasées dépendant les conditions usées.

Chapitre II :

Etude Expérimentale

II. Introduction

Le but de cette partie expérimentale est l'étude de la boruration des aciers XC38 et 42CD4 par la voie solide. Des caractéristiques physico-chimiques et mécaniques ont été effectuées dans le but d'identifier la différence des couches borurées sur les deux aciers et de déterminer leurs propriétés.

La caractérisation des couches borurées a été réalisée par des méthodes expérimentales suivantes : La morphologie des couches borurées a été examinée à l'aide d'un microscope optique, et la dureté a été déterminée à l'aide d'un micro-duromètre Vickers.

Les couches borurées (FeB et Fe₂B) ont été examinées à l'aide d'un microscope électronique à balayage.

II.1. Matériaux d'étude :

II.1.1. Acier XC38 :

Est un acier au carbone à moyenne teneur, facilement usinable et avec de bonnes caractéristiques mécaniques. Il est utilisé pour des applications structurelles et peut être traité thermiquement. Cependant, il est difficile à souder. Selon les équivalences internationales, XC38 est équivalent à C35 [13]

II.1.1.1. Composition chimique par poids d'acier XC38 :

C	S	Mn	P	Si
0.32 – 0.39	<0.035	0.5 – 0.80	<0.035	0.40 Max

II.1.1.2. Caractéristiques mécaniques (état normalisé) de l'acier XC38 :

Rm (N/mm ²)	Re (N/mm ²)	A %	Dureté (HB)
500 - 550	245 - 300	18 - 19	--

II.1.1.3. Propriétés :

- Acier au carbone, à moyenne teneur, très souvent utilisé en mécanique en générale sa bonne usinabilité et ses caractéristiques mécanique.
- Apte aux traitements thermiques.

II.1.1.4. Domaines d'application :

Pieces non soumises aux chocs, mais nécessitant une bonne résistance : axes, boulonnerie, forge (leviers, arbres ...)

II.1.2. Alliage 42CD4 :

Est un acier faiblement allié contenant du chrome et du molybdène, avec une composition d'environ 0.42% de carbone, 1% de chrome et 0.25% de molybdène. Il est connu pour sa haute résistance, sa ténacité et sa résistance à l'usure, ce qui le rend adopté aux plusieurs applications. [14]

II.1.2.1 Composition chimique par poids de l'acier 42CD4 :

C	Cr	Mo	S	Mn	P	Si
0.38 – 0.45	0.9 – 1.20	0.15 – 0.30	<0.035	0.60 – 0.90	<0.035	0.40

II.1.2.2. Caractéristiques mécaniques (état normalisé) de l'acier 42CD4 :

Rm N/mm ²	Re N/mm ²	A %	Dureté HB
750 - 1300	500 - 900	10 - 14	--

II.1.2.3. Propriétés :

Ses propriétés sont obtenues grâce à une combinaison de traitement thermique et d'élément d'alliage

- Acier de construction faiblement allié au chrome molybdène pour trempe et revenu.
- Bonne trempabilité à l'huile, bonne résistance aux surcharges à l'état traité

II.1.2.4. Domaines d'application :

Aux applications dans l'industrie telles que l'automobile, l'aérospatiale et le pétrole et le gaz.

Acier très employé en mécanique, pour des pièces de moyennes à fortes sections : arbres, essieux, crémaillères, vibrequins, bielles, engrenages.

Cet acier est parfois utilisé pour des pièces trempées superficiellement.

II.2 Description du procédé de boruration par les poudres :**II.2.1. Condition de la boruration :**

- Le mélange de poudre utilisé est de composition 5% **B₄C**, 5% **NaBF₄** et 90% **SiC**
- Température de boruration à **950°C** (1223 K)
- Temps de traitement : **4 heures**.

II.2.2.1. Préparation des échantillons :

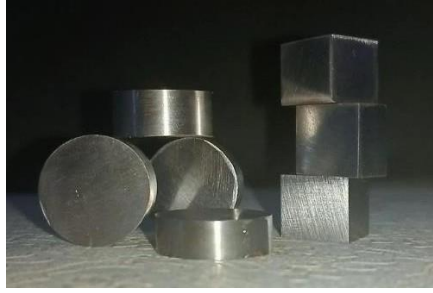


Figure 5 : Découpage des échantillons XC38 et 42CD4

II.2.2.2. Préparation de de la poudre utilisée dans le traitement de boruration :



Figure 6 : Mélange de boruration (5% NaBF_4 + 5% B_4C + 90% SiC)



Figure 7 : Four électrique à moufle pour le traitement de boruration

II.2.3. Boruration des échantillons :

Les échantillons sont introduits dans un creuset en aciers inoxydables contenant un mélange de la poudre (kabor 2), constituée de 5% de fluoroborate de sodium (NaBF_4) comme activateur, et de 5% de carbure de bore (B_4C) comme source du bore, et de 90% carbure de silicium (SiC) comme diluant.

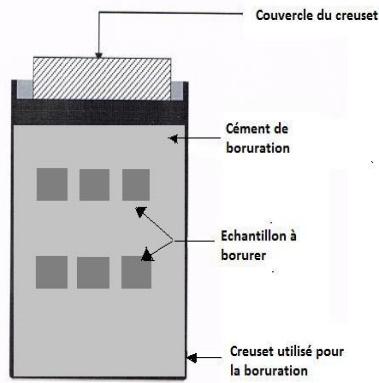


Figure 8-a) Disposition des échantillons à l'intérieur du creuset

Figure 9-b) creuset préparé pour introduction dans le four

Les échantillons XC38 et 42CD4 ont été borurés à une température de 950°C pendant 4 heures.



Figure 10 : XC38 après traitement



Figure 11 : 42CD4 après traitement

II.2.4. Polissage mécanique :

Les échantillons sont montés sur un plateau tenu par un bras perpendiculaire et le polissage s'effectue par différences de vitesse de rotation entre le bras et le plateau supportant le papier abrasif.

Polissage pour la boruration pour éliminer tous qui peut affecter le traitement, par papier abrasif à partir de la granulométrie P120 jusqu'à 1200

II.3. Etude Métallographique :

II.3.1. Enrobage et polissage des échantillons :

Les échantillons obtenus après boruration sont découpés en deux demi disques. Ils sont ensuite enrobés dans une résine. Pour la préparation de l'état de surface, ces échantillons vont subir un polissage mécanique ; pour l'analyse métallographique par papier abrasif à partir de la granulométrie P600 jusqu'à P3000, la finition est réalisée, sous une très faible pression, par un polissage très fin en utilisant une poudre d'alumine en suspension dans l'eau sur un papier en feutre. La granulométrie utilisée est de 15µm.

Le but de cette opération est l'obtention de l'état miroir sur la face de l'échantillon à examiner au microscope optique MO et au MEB.



Figure 12 : Résine durcisseur pour l'enrobage des échantillons

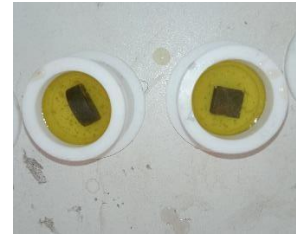


Figure 13 : Echantillon (XC38 + 42CD4) enrobé

II.3.2. Analyse par microscope optique (MO) :

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

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

L'étude microscopique a été effectuée par le microscope optique de type **LIECA DMLM** du laboratoire de génie mécanique (génie de procédé) **Figure 10**, ce microscope équipé avec une caméra relié avec un micro-ordinateur pour obtenir les images électroniques. [15]



Figure 14 : Microscope Optique (Laboratoire de génie de procédé)

II.3.3. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB) :

Le principe de balayage consiste à explorer la surface des échantillons par les lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident.

Les microscopes à balayage utilisent un faisceau très fin qui balaie point par point la surface de l'échantillon



Figure 15 : Microscope électronique à balayage de type TESCAN VEGA3

II.3.4. Essai de micro-dureté Vickers :

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

Les essais de micro-dureté Vickers ont été réalisés au laboratoire de génie des procédés de Laghouat, à l'aide d'un micro-duromètre de type **MVH**.

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

Conditions opératoires de l'essai sont :

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

Le nombre de micro-dureté (HV) est donné par la relation suivante :

$$Hv = \frac{F}{d^2} \cdot (136^\circ / 2)$$

F : charge appliquée en (N)

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

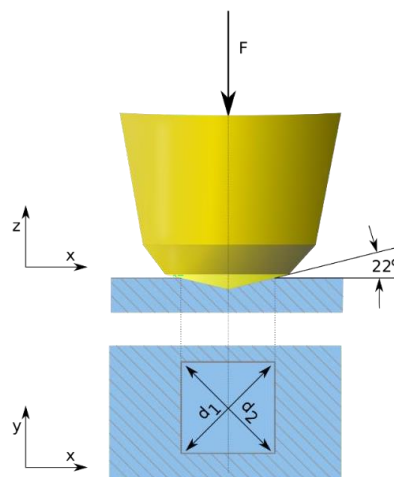


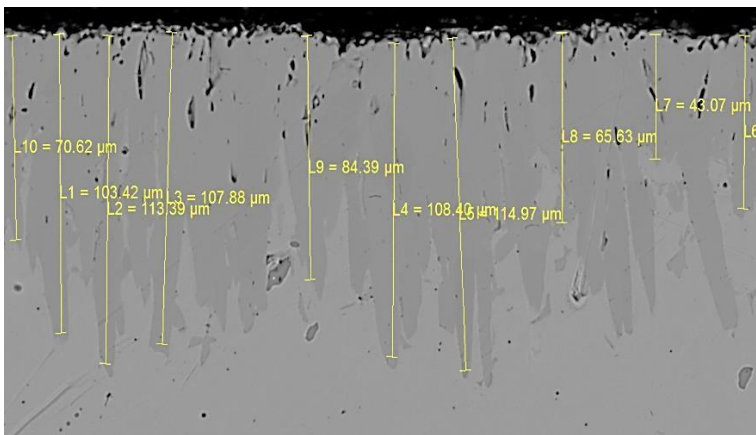
Figure 16 : Pénétrateur utilisé lors de l'essai de micro-dureté Vickers et la vue de dessus de l'empreinte laissée sur la surface de l'échantillon



Figure 17 : Testeur de dureté micro-Vickers

II.3.5. Mesure de l'épaisseur de la couche borurée :

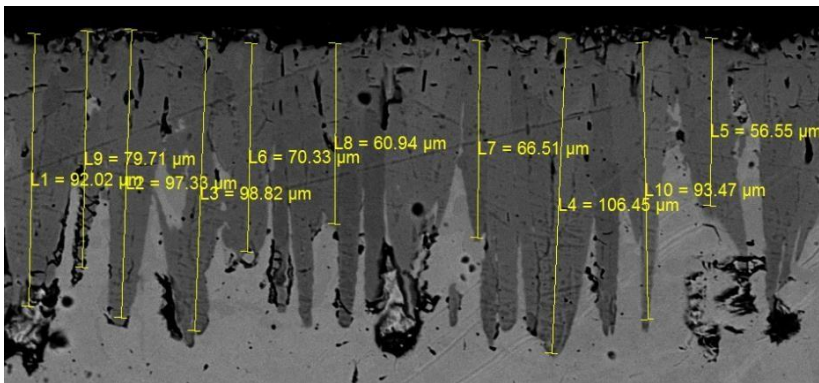
II.3.5.1. Epaisseur moyenne pour l'acier XC38 :



$$\text{Epaisseur Moyenne} = \frac{\sum_{i=1}^9 L_i}{i}$$

Figure 18 : Méthode de mesure de la couche borurée (C38)

II.3.5.2. Epaisseur moyenne pour l'acier 42CD4 :



$$\text{Epaisseur Moyenne} = \frac{\sum_{i=1}^{10} L_i}{i}$$

Figure 19 : Méthode de mesure de la couche borurée (42CrMo4)

II.4. Conclusion :

Les borures réalisés par des chercheurs et d'après leurs bibliographies ; ont des propriétés physico-chimiques et mécaniques intéressantes pour les différentes applications industrielles.

La formation des couches de borure (FeB et Fe_2B) dépend de :

- La durée du traitement,
- La température,
- La concentration en bore, ainsi que la composition chimique de la surface du substrat.

Chapitre III :

Résultats et Discussion

Introduction

Le but de ce chapitre, après avoir décrit la partie expérimentale, nous allons présenter et commenter les résultats obtenus pour la comparaison des deux aciers XC38 et 42CD4

III.1. Analyse par microscope optique MO :

Les échantillons sont prêts à l'observation au microscope optique équipé d'une caméra et relié à un micro-ordinateur, sans attaque chimique.

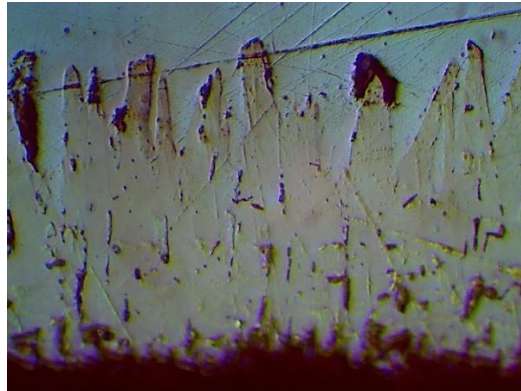


Figure 20 : Micrographie optique de la couche borurée de l'acier XC38 traité pendant 4h pour une température 950°C.

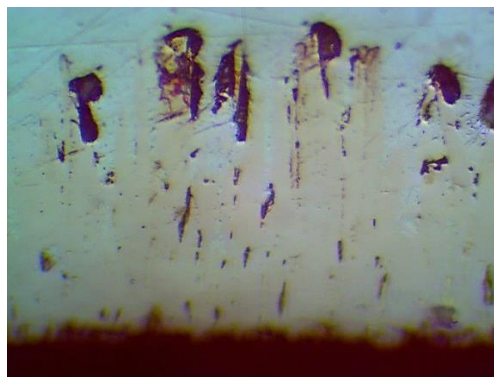


Figure 21 : Micrographie optique de la couche borurée de l'acier 42CD4 traité pendant 4h pour 950°C

Les micrographies optiques (**Figure 19 et 20**) réalisées sur des sections droites des aciers (XC38 et 42CrMo4), la couche borurée est monophasée (Fe_2B), résultat en accord avec les observations au MEB (**Figure 21 et 22**).

III.2. Analyse par microscope électronique à balayage MEB :

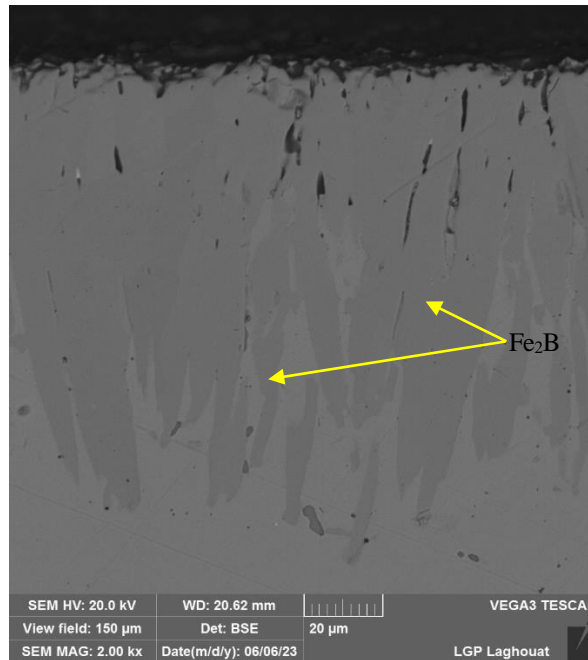


Figure 22 : Micrographie MEB de la section droite de l'acier XC38 boruré à 950°C pendant 4 heures

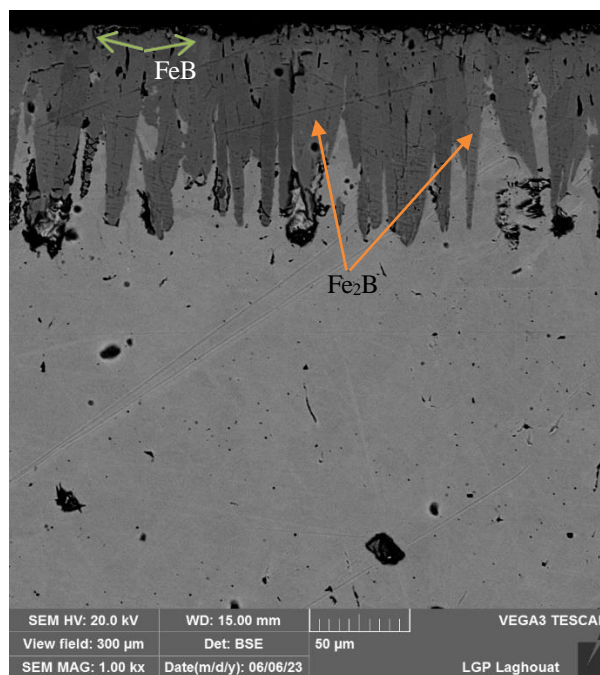


Figure 23 : Micrographie MEB de la section droite de l'acier 42CD4 boruré à 950°C pendant 4 heures

Les figures (3 et 4) présentes les micrographies au MEB réalisées (sans attaque chimique) sur des sections droites des aciers (C38 et 42CrMo4), borurées à la température 950°C pendant 4 heures. Il y a apparition d'une seule couche de borure de fer pour le 1^{er} acier C38 qui est la phase Fe_2B ; qui se forme en premier lieu suivant un mécanisme de germination et de croissance. Il y a formation d'une double couche pour 42CrMo4 : la couche extérieure est constituée de FeB fine suivie de la couche Fe_2B aciculaire (dentelée).

III.3. Essai de micro-dureté Vickers :

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

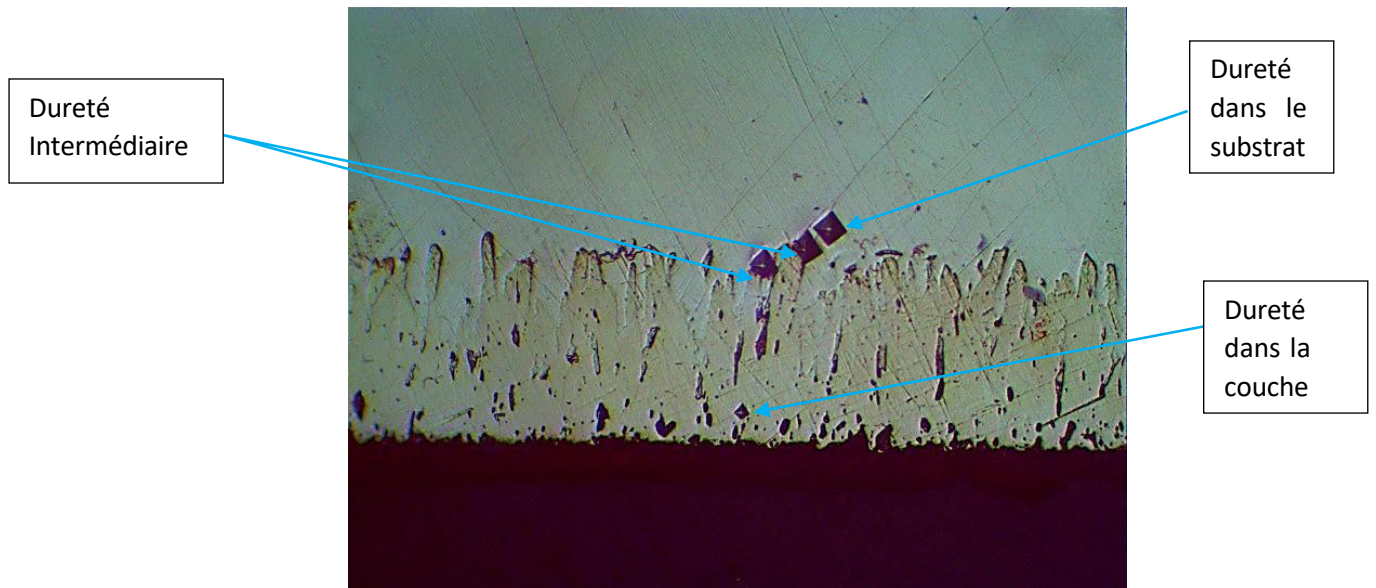


Figure 24 : Essai de micro dureté Vickers pour XC38

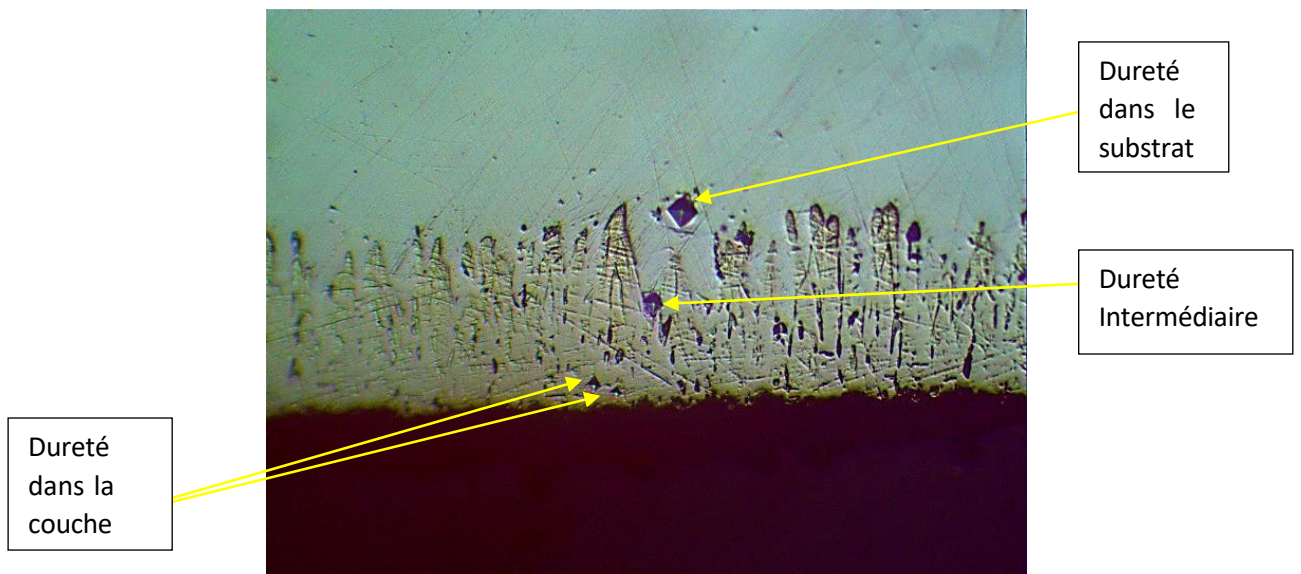


Figure 25 : Essai de micro dureté Vickers pour 42CD4

Tableau des valeurs de Dureté pour les deux aciers :

Tableau 4 : Valeur de micro dureté des aciers (C38 et 42CrMo4)

XC38 (HV _{0.05})			42CD4		
Substrat	Intermédiaire	La couche	Substrat	Intermédiaire	La couche
213	261.9	992	233.4	698.15	1264

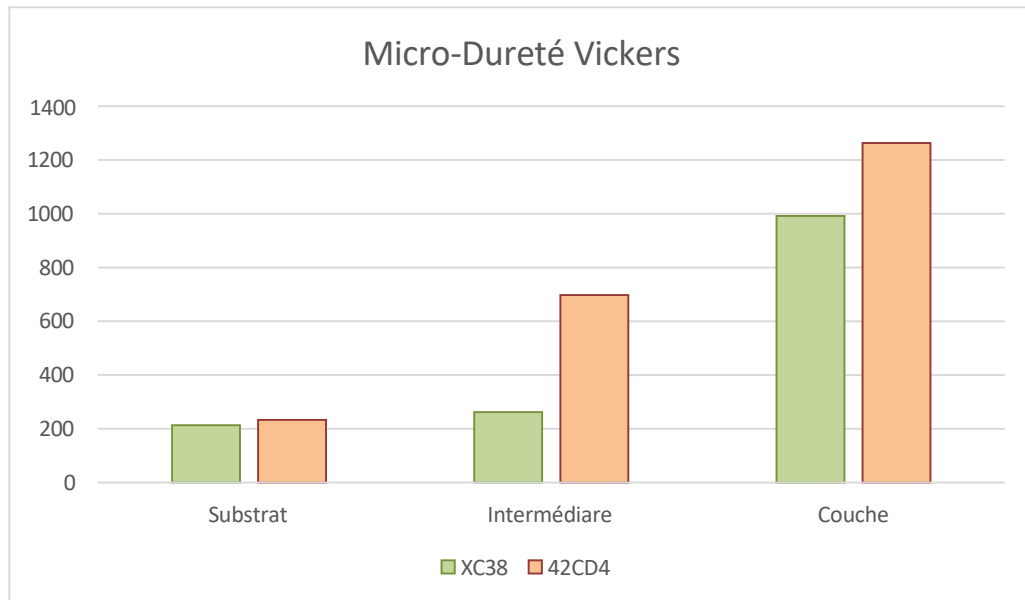


Figure 26 : Variation des valeurs de micro-dureté des deux échantillons (XC38 + 42CD4)

III.4. Mesure de l'épaisseur de la couche borurée :

La méthode consiste à mesurer 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.

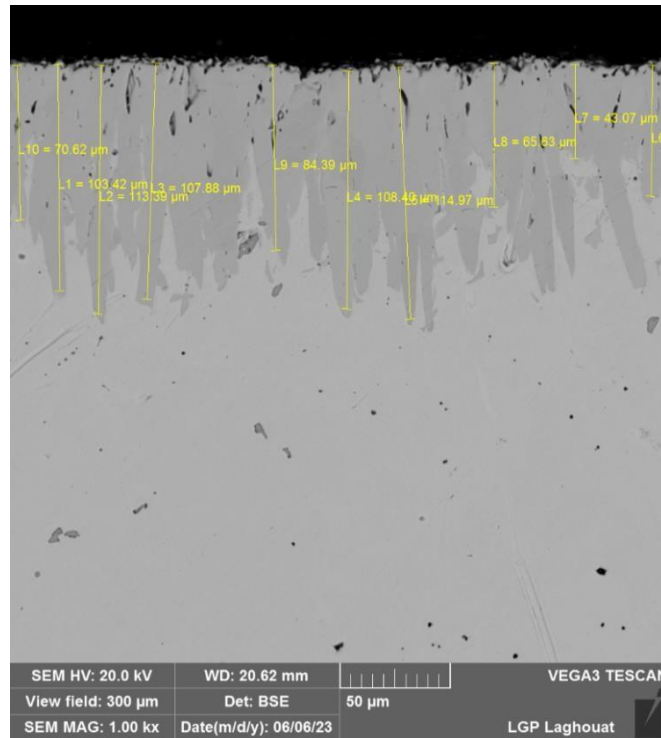


Figure 27 : Micrographie MEB de la section droite de l'acier XC38 boruré à 950°C pendant 4 heures

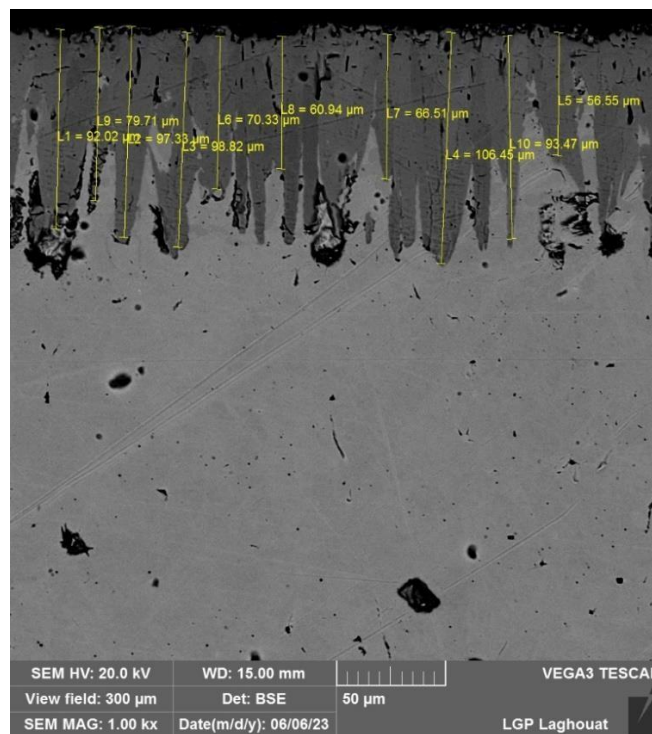


Figure 28 : Micrographie MEB de la section droite de l'acier 42 CD4 boruré à 950°C pendant 4h

Tableau 5 : Epaisseurs moyennes des aciers traités

XC38	42CD4
$e_1 = \frac{L1+L2+L3+L4+L5}{5} = 109.612\mu\text{m}$	$e_1 = \frac{L1+L2+L3+L4+L10}{10} = 97.618\mu\text{m}$
$e_2 = \frac{L7+L8+L9+L10}{4} = 65.9275\mu\text{m}$	$e_2 = \frac{L5+L9+L7+L8+L9}{5} = 66.808\mu\text{m}$
Epaisseur moyenne = 90.196μm	Epaisseur moyenne = 82.213μm

e1 : aiguilles plus profonds

e2 : aiguilles moins profonds

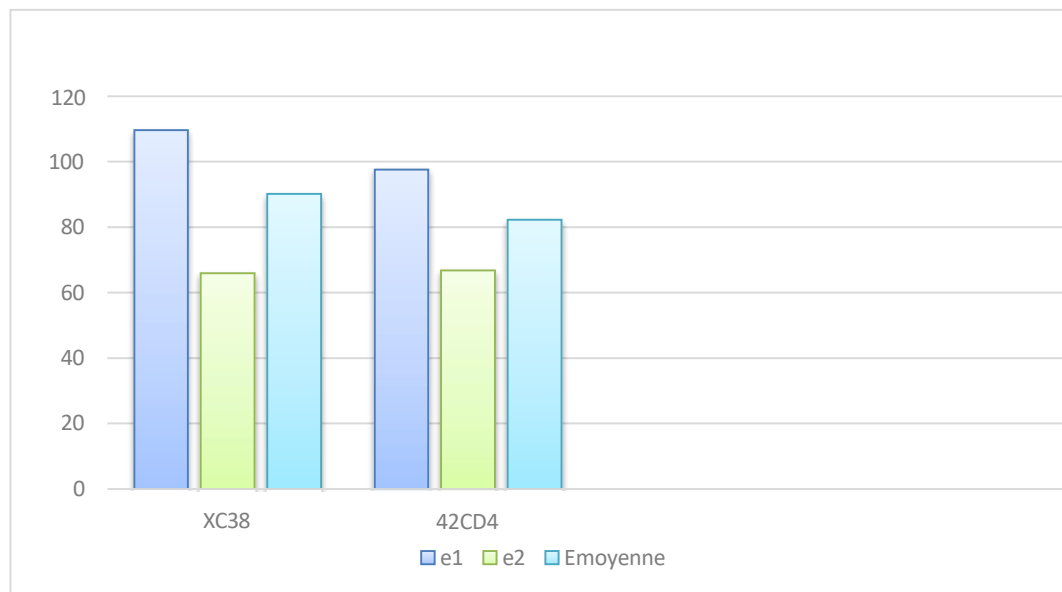


Figure 29 : Variation des valeurs des épaisseurs des couches borurées

II.4. Comparaison des résultats

Tableau 6 : Comparaison des résultats obtenues sur les deux aciers traités

Acier	Nature des phases	Morphologie	Epaisseur* (μm)	Micro-dureté HV _{0.05}			
				Substrat	Intermédiaire	Couche	
XC38	Fe ₂ B	Couche monphasée, (Fe ₂ B denté)	90.196	213	195	328.4	992
42CD4	FeB + Fe ₂ B	Couche biphasée, Couche FeB fine	82.213	233.4	462.1	934.2	1264

(*) : pour les mêmes conditions

Conclusion

Conclusion Générale :

L'objectif principal de ce travail est l'étude de la boruration des deux aciers différents; l'acier au carbone XC38 et un acier allié 42CD4, l'acier 42CD4 plus allié par rapport XC38.

Les revêtements et les traitements thermiques des métaux sont des procédures utilisées pour les protéger et augmenter leurs caractéristiques mécaniques et leur durée de vie.

Après le traitement thermo-chimique (boruration) des aciers (XC38 et 42CD4) par la poudre de boruration équivalente de la bouder Ekabor constituée 5% de (NaBF_4) , et de 5% (B_4C) et de 90% (SiC) , avec température de 950°C pendant quatre heures, et après l'analyse des résultats obtenues grâce aux techniques expérimentales (étude métallographique et l'étude de la dureté) nous allons conclure nos résultats par les points suivants:

- ✓ La possibilité de faire le traitement de boruration sur l'acier XC38 et 42CD4
- ✓ La couche borurée obtenue :
 - ⇒ Monophasé (Fe_2B) pour C38
 - ⇒ Biphasée ($\text{FeB} + \text{Fe}_2\text{B}$) pour 42CrMo4 et cela due à la densité des éléments chimiques.
- ✓ L'épaisseur de la couche de borure dans l'acier XC38 est $90.1 \mu\text{m}$, et $82.2 \mu\text{m}$ dans l'acier 42CD4
- ✓ La couche borurée obtenue d'acier C38 est plus épaisse que la couche borurée d'acier 42CrMo4 en raison d'éléments d'alliage.
- ✓ La dureté de l'acier 42CD4 plus élevée par rapport l'acier XC38, $213\text{HV}_{0.05}$ et $233\text{HV}_{0.05}$ respectivement. même remarque pour les borures formés sur l'acier 42CD4 et l'acier XC38, $992\text{HV}_{0.05}$ et $1264\text{HV}_{0.05}$ respectivement.
- ✓ La boruration a augmenté la dureté des métaux traités presque 5 fois.

Perspectives :

D'après les résultats obtenus, je recommande le changement des éléments d'alliage pour élargir les domaines d'application de cet avantageux traitement

Références

Références

Références

1. Kunst, H. and O. Schaaber, Observation en surface boronization of steel, 1967, Härtereitech-Mittenlungen.
2. Effet d'un traitement de boruration ssur la resistance à la corroion d'un acier XC38, L.A. ALLAOUI, O. ALLAOUI, RSSI, Vol.03, No1, Decembre (2013),01-05.
3. ALLAOUI, Omar, Caractérisation des couches de Borures élaborées sur un acier Xc38, 2018, université ferhat abbas-Sétif1.
4. Mahfoud, S. and S. Hamadouche, Caractérisation des couches de borures déposées sur l'acier XC38, 2022, faculté des sciences et de la technologie univ bba.
5. Boumaaza, Mohamed Amine, Etude de la cinetique de boruration, 2017, université ibn khaldoun-tiaret.
6. Belkilali, Walid, Simulation numérique de la cinetique de boruration, cas de la phase Fe_2B/FeB , 2017, univ-tiaret.
7. Keddam, M. and S. Chentouf, A diffusion model for describing the bilayer growth (FeB/Fe_2B) during the iron powder-pack boriding. Applied Surface Science, 2005. 252(2): p. 393-399.
8. Bouaziz, S., N. Boudaoud, and A. Zanoun, Boruration thermochimique d'un acier C38 dans un bain de sels borax-SiC. Matériaux & Techniques, 2009. 97(4): p. 253-259.
9. Pchelkina, M. and Y.M. Lakhtin, Boronizing in a boron trichloride atmosphere. Metal Science and Heat Treatment of Metals, 1960. 2: p. 397-398.
10. Casadesus, P., C. Frantz, and M. Gantois, Boriding with a thermally unstable gas (diborane). Metallurgical transactions A, 1979. 10: p. 1739-1743.
11. Zhigach, A., et al., Surface impregnation of steel with boron from the gas phase. Metal Science and Heat Treatment of Metals, 1959. 1(4): p. 47-50.
12. Campos, I., et al., Kinetic study of boron diffusion in the paste-boriding process. Materials Science and Engineering: A, 2003. 352(1-2): p. 261-265.
13. Bouaziz, S., N. Boudaoud, and A. Zanoun, Boruration thermochimique d'un acier C38 dans un bain de sels borax-SiC. Matériaux & Techniques, 2009. 97(4): p. 253-259.
14. <https://www.matiereDetail.fr/18-acier-xc-38-c35>. Consulté le : 20/06/2023
15. Mahfoud, S. and S. Hamadouche, Caractérisation des couches de borures déposées sur l'acier XC38, 2022, faculté des sciences et de la technologie Université BBA.