

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR - ANNABA  
BADJI MOKHTAR – ANNABA UNIVERSITY



جامعة باجي مختار – عنابة

Faculté : Sciences de l'ingénierie  
Département : Métallurgie  
Domaine : Sciences et techniques  
Filière : Métallurgie  
Spécialité : Génie Métallurgique

## Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master

### Thème:

**ETUDE MICROSTRUCTURALE APRES TRAITEMENT DE  
BORURATION DE L'ACIER 42CD4 – TEST D'ADHERENCE  
DE LA COUCHE BORUREE**

Présenté par : *BENHAMZA NOUR ELYAKINE*

Encadrant : *BOUDEBANE AZZEDINE*    Grade : *MCA*    Université : *BADJI MOKHTAR*

### Jury de Soutenance :

BOUDEBANE Saïd	Pr.	Badji Mokhtar	Président
BOUDEBANE Azzedine	MCA	Badji Mokhtar	Encadrant
SNANI Louafi	MCA	Badji Mokhtar	Examineur
BOUCI Abdenacer	MCA	Badji Mokhtar	Examineur

Année Universitaire : 2019/2020

## **Remerciements**

Je remercie *Dieu* de m'avoir donné toute la force nécessaire pour accomplir ce modeste travail.

Je voudrais témoigner toute ma gratitude au Docteur **BOUDEBANE Azzedine** d'avoir accepté de m'encadrer, pour sa confiance et sa disponibilité, je lui présente mes sincères remerciements.

Je remercie également tous les membres du jury d'avoir acceptés de juger mon travail.

Je tiens à remercier mes *chers parents et mes deux sœurs* pour leur soutien et encouragement.

J'exprime ma reconnaissance à tous les enseignants du Département de Métallurgie qui ont contribué de près ou de loin à ma formation, surtout le Pr. **BOUDEBANE Saïd**, le Pr. **MERAKEB Noureddine**, Dr. **BENCHIKHA Tahar**, Dr. **SNANI Elouafi** et Dr. **BOUCIF Abdenacer**.

Mes remerciements au Doctorant **BERRAÏS Abderrahmene** pour l'aide qu'il m'a apporté pour la réalisation du traitement thermochimique.

**Dédicace**

*Je dédie ce travail*

*A ma mère et mon père*

*A mes soeurs*

*A tous mes proches et amis*

# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>5</b>
-----------------------------------	----------

## **CHAPITRE I : BIBLIOGRAPHIE**

1.1. LES MECANISMES DE LA DIFFUSION.....	7
1.2. GENERALITES SUR LES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES.....	9
1.2.1. Introduction.....	9
1.2.1.1. Aluminisation.....	10
1.2.1.2. Bleuissage.....	10
1.2.1.3. Carbonitruration.....	10
1.2.1.4. Cémentation.....	10
1.2.1.5. Nitruration.....	11
1.2.1.6. Chromisation.....	11
1.2.1.7. Sulfonitruration.....	11
1.3. TRAITEMENT THERMOCHIMIQUE AU BORE.....	12
1.3.1. Le principe de la boruration.....	13
1.3.2. Les différents milieux de boruration.....	14
1.3.2.1. La boruration en milieu liquide.....	14
1.3.2.2. La boruration en milieu gazeux.....	15
1.3.2.3. La boruration dans un milieu à l'état solide.....	16
1.3.3. Influence des éléments d'addition sur la boruration.....	18
1.3.4. Diagramme d'équilibre Fer-Bore.....	19
1.3.5. Morphologie des couches borurées.....	21
1.3.6. Structures cristallines des borures de fer.....	22
1.3.6.1. Le borure de fer FeB.....	22
1.3.6.2. Le borure de fer Fe <sub>2</sub> B.....	23
1.3.7. Applications industrielles des pièces borurées.....	23

## **CHAPITRE II : LES TECHNIQUES D'ETUDE DE L'ADHERENCE**

2.1. L'ADHERENCE.....	27
2.2. L'INDENTATION.....	27
2.2.1. L'indentation normale.....	29

2.2.2. L'indentation interfaciale.....	30
2.2.3. Le scratch test.....	32

### **CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE**

3.1. BUT DU TRAVAIL.....	35
3.2. PLAN EXPERIMENTAL.....	35
3.3. CHOIX DU MATERIAU TRAITE.....	36
3.4. DESCRIPTION DU TRAITEMENT MECANIQUE DES SURFACES.....	37
3.5. PREPARATION DES EPROUVETTES AVANT BORURATION.....	39
3.6. DESCRIPTION DU PROCEDE DE BORURATION EN CAISSE.....	40
3.7. ESSAI DAIMLER-BENZ.....	42
3.8. ESSAI DE DURETE.....	43
3.9. ETUDE MICROSTRUCTURALE.....	44
3.9.1. Préparation des éprouvettes.....	44
3.9.2. Observation des couches borurées au microscope optique.....	45
9.10. INDENTATION INTERFACIALE.....	46
CONCLUSION.....	48
REFERENCES.....	50

## INTRODUCTION

Les traitements thermochimiques concernent toutes les familles de procédés qui mettent en œuvre des réactions chimiques en relation avec la température, et qui conduisent à une transformation chimique par diffusion de la zone superficielle. Les traitements thermochimiques de diffusion ou cémentation, principalement par le carbone, l'azote et le bore sont, avec le durcissement par trempe superficielle, les plus utilisés pour le renforcement des pièces mécaniques en alliages fer-carbone (aciers et fontes). Les traitements superficiels ont pour objectif d'augmenter les performances mécaniques des pièces traitées, notamment vis-à-vis de l'usure et de la tenue en fatigue

La boruration est une méthode thermochimique de durcissement de surface qui peut être appliquée à de nombreux matériaux ferreux, non-ferreux et cermet. Le processus implique la diffusion d'atomes de bore dans le réseau du métal de base et la formation d'un composé de bore interstitiel dur en surface. La boruration, grâce à la combinaison d'une dureté élevée et d'un faible coefficient de frottement, permet non seulement d'améliorer les propriétés de résistance à la fatigue, à l'abrasion, à la corrosion et à l'usure de la surface, mais aussi de maintenir la dureté à température élevée. La boruration est appliquée à la plupart des matériaux ferreux, à l'exception des aciers porteurs d'aluminium et de silicium.

Il a été démontré que le choix du régime de traitement de boruration, l'état de surface du matériau traité influe sur les constituants structuraux et les caractéristiques mécaniques (types de borures, la dureté, etc...). Le maintien des caractéristiques mécaniques de la couche borurée et son adhérence au substrat a toujours été un souci majeur pour les chercheurs, car la longévité d'une pièce en dépend.

Notre travail consiste en l'étude de l'influence de l'état de surface (rugosité, écrouissage) sur la microstructure et l'adhérence de la couche borurée de l'acier faiblement allié de nuance 42CD4, avant et après trempe.

Ce mémoire comprend les parties suivantes :

- Chapitre I : Etude bibliographique.
- Chapitre II : Techniques d'étude de l'adhérence des couches borurées.
- Chapitre III : Partie expérimentales.

***CHAPITRE I***  
***BIBLIOGRAPHIE***

# 1. Bibliographie

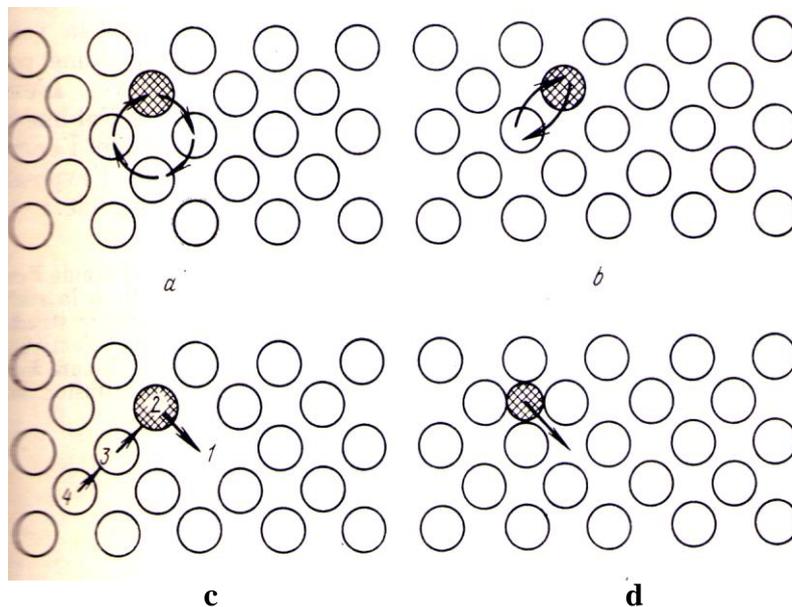
## 1.1 Les mécanismes de la diffusion [1]

Les processus fondamentaux dont les métaux et les alliages sont le siège (cristallisation, transformation de phase, déformation dans des conditions définies, recristallisation, saturation de la surface en d'autres composants) prennent une allure de diffusion.

Si la concentration change, comme c'est le cas des alliages et des métaux à taux élevé d'impuretés, on est en présence du phénomène qui porte le nom de diffusion.

Le processus de diffusion dans les cristaux a à sa base le mécanisme atomique dans lequel chaque atome se déplace par errements plus ou moins aléatoires, c'est-à-dire par sauts entre différentes positions d'équilibre dans le réseau.

Pour décrire le processus de diffusion dans un corps cristallin solide (métal), on a proposé les mécanismes cycliques, d'échange, lacunaire, interstitiel (Fig. 1.1).



**Figure 1.1.** Mécanisme de déplacement des atomes dans le réseau cristallin.

D'après le mécanisme cyclique, un saut est un déplacement commun (rotation cyclique) d'un groupe d'atomes (par exemple, de quatre atomes, fig. 1.1a). L'énergie nécessaire pour une telle rotation n'est pas grande, mais cette rotation est peu probable. Le mécanisme

d'échange (fig. 1.1b) est un cas particulier du mécanisme cyclique (groupe de deux atomes) dans lequel les atomes voisins changent de place. Dans le mécanisme lacunaire, un atome prend la place d'une lacune (fig. 1.1c) et dans le cas interstitiel, un atome passe à l'état d'équilibre dans l'interstice la plus proche (fig. 1.1d). Dans les métaux la préférence va au mécanisme lacunaire. C'est le cas où, comme le montre la figure 1.1c, l'atome 2 possédant une énergie élevée vient prendre la place de la lacune 1. La lacune passant à la place de cet atome peut alors recevoir l'atome 3 etc.

Lorsque dans le métal diffusent les éléments à petit rayon atomique (C, N, H), la diffusion progresse par le mode interstitiel (fig. 1.1d).

La vitesse de diffusion est définie par la quantité d'élément  $m$  qui diffuse par unité de temps à travers une unité de surface de séparation. La quantité  $m$  de l'élément diffusant par unité de temps dépend du gradient de concentration  $dc/dx$  de l'élément dans la direction normale à la surface de séparation ; elle est proportionnelle au coefficient de diffusion  $D$  :

$$m = -D \frac{dc}{dx}$$

Où  $dc$  est la concentration ;  $dx$ , la distance dans la direction retenue.

Ce rapport a reçu le nom de la première loi de Fick. Si la concentration change, si le gradient de concentration est mesuré dans le temps ( $\tau$ ), la diffusion est décrite par la seconde loi de Fick :

$$\frac{dc}{\tau} = D \frac{d^2c}{dx^2}$$

Cette loi est déduite en adoptant que le coefficient de diffusion ne dépend pas de la concentration, ce qui est vrai seulement pour l'autodiffusion.

Le coefficient de diffusion  $D$   $\text{cm}^2 / \text{s}$ , c'est-à-dire la quantité de l'élément passant par unité de surface ( $1 \text{ cm}^2$ ) par unité de temps (1s), la différence des concentrations valant l'unité, dépend de la nature de l'alliage, des dimensions du grain, et surtout de la température. Dans le sens thermique, le coefficient de diffusion est régi par la loi exponentielle :

$$D = D_0 e^{-\frac{Q}{RT}},$$

Où  $D_0$  est le facteur déterminé par le type de réseau cristallin ;

$R$ , la constante des gaz :  $1.987 \text{ cal}/(\text{mol}, ^\circ\text{C})$  ;

$T$ , la température,  $^\circ\text{K}$  ;

Q, l'énergie d'activation, kcal/g-atome.

L'énergie d'activation Q de la diffusion caractérise l'énergie de liaison interatomique dans le réseau cristallin. Plus la valeur de Q est grande, plus l'énergie nécessaire pour qu'un atome passe dans le réseau d'un état d'équilibre à un autre est élevé. L'excès d'énergie nécessaire pour cette transition est fourni à l'atome par ses voisins avec lequel il échange en permanence de l'énergie cinétique.

La marche de la diffusion est plus facile à la surface et aux joints de grains, zone de concentration des imperfections de structure cristalline (lacunes dislocations, etc.).

## **1.2. Généralités sur les traitements thermochimiques**

### **1.2.1. Introduction**

On donne le nom de traitement thermochimique à la saturation superficielle de l'acier en tel ou tel élément (par exemple, en carbone, azote, aluminium, bore, chrome, etc.) par la diffusion à l'état atomique à partir d'un milieu extérieur porté à une température élevée. Un traitement thermochimique consiste à chauffer une pièce jusqu'à la température donnée dans un milieu solide, liquide ou gazeux qui dégage facilement l'élément de diffusion à l'état atomique, à le maintenir à cette température, puis à la refroidir. A la différence d'un traitement thermique, un traitement thermochimique change non seulement la structure de l'acier, mais aussi la composition chimique des couches superficielles, ce qui permet de modifier dans de plus larges limites ses propriétés.

Un traitement thermochimique compte trois stades élémentaires :

- 1) Processus dont le siège est le milieu extérieur et qui assure le dégagement de l'élément diffusant à l'état atomique ;
- 2) Contact des atomes d'élément diffusant avec la surface de la pièce en acier et formation des liaisons chimiques avec les atomes de fer (absorption) ;
- 3) Pénétration de l'élément saturant en profondeur dans le métal de base, c'est la diffusion.

La vitesse de diffusion des atomes de l'élément saturant qui s'insèrent dans le réseau de fer n'est pas le même et dépend de la composition et de la structure des phases en formation. La saturation en carbone ou en azote, qui forment avec le fer des solutions solides d'insertion, rend la diffusion plus rapide que la saturation en métaux qui forment des solutions solides de substitution.

Ces processus sont nommés cémentation, carbonitruration, nitruration, nitrocarburation, chromisation, boruration, etc. Ces traitements de surfaces ont une grande importance industrielle parce que les propriétés mécaniques et chimiques des couches extérieures des pièces traitées peuvent être améliorées. Selon le processus choisi, la surface traitée présentera une résistance à l'usure et à la corrosion améliorée avec une dureté élevée [2], [3].

#### **1.2.1.1. Aluminisation**

Ce traitement qui s'effectue en général sur les aciers a pour objet un enrichissement superficiel en aluminium. Il est surtout utilisé comme protection contre la corrosion et l'oxydation à haute température.

#### **1.2.1.2. Bleuissage**

Ce traitement est effectué en milieu oxydant. La surface polie du produit ferreux se recouvre d'une couche mince d'oxyde adhérent de couleur bleue.

#### **1.2.1.3. Carbonitruration**

Comme pour la cémentation, apport de carbone en surface mais en plus introduction d'azote dans le four entre 600°C et 850°C ou dans un bain. Ce traitement est obligatoirement suivi d'une trempe. Par rapport à la cémentation, il donne d'excellents résultats sur des aciers non alliés. La carbonisation gazeuse est la plus employée.

#### **1.2.1.4. Cémentation**

On appelle cémentation le processus de saturation en carbone de la couche superficielle de l'acier. Il existe deux modes essentiels de cémentation : par agents solides, contenant du carbone, et par des gaz. Le but principal de la cémentation est l'obtention d'une surface dure et résistante à l'usure par enrichissement de la couche superficielle en carbone jusqu'à la concentration 0,8 à 1,2 %, et par trempe ultérieure suivie d'un revenu à basse température. Ce procédé accroît également la limite de fatigue.

Ce traitement s'effectue en général sur des aciers à faible pourcentage en carbone ( $C < 0,25\%$  donc non trempant), possédant une bonne ductilité dans la masse, en vue d'augmenter la dureté superficielle. Il consiste :

- à apporter du carbone en surface par chauffage au four à température d'austénitisation (vers 900°C) en présence de ciment (substance qui diffuse certains de ses éléments) solide, liquide ou gazeux. Ce procédé est le plus utilisé (précis et rapide)

- à effectuer un cycle de trempe suivi d'un revenu à basse température. Il y a possibilité de ne pas traiter toute la pièce (usinage des surfaces cémentées avant la trempe ou protection par cuivrage de surfaces avant cémentation). La pièce conserve donc ses caractéristiques à cœur et présente une couche extérieure très dure (jusqu'à 2mm) obtenue par le durcissement par trempe. La déformation impose une rectification après traitements.

#### **1.2.1.5. Nitruration**

On appelle nitruration le traitement qui consiste à saturer en azote la surface de l'acier dans un milieu ammoniacque. La nitruration accroît sensiblement la dureté de la couche superficielle, sa tenue à l'usure, la limite de fatigue et la tenue à la corrosion dans des milieux comme l'atmosphère, l'eau, la vapeur, etc. La couche nitrurée garde sa dureté jusqu'aux températures élevées (500 à 550 °C), alors que la dureté d'une couche cémentée à structure martensitique ne subsiste qu'à 200 ou 225 °C.

La nitruration s'emploie largement pour les arbres des machines-outils de précision, les cylindres des moteurs, etc.

#### **1.2.1.6. Chromisation**

La surface de la pièce est enrichie en chrome :

- chromisation douce sur des aciers à faible pourcentage de carbone. Elle permet l'obtention d'une couche riche en chrome qui résiste bien à la corrosion.

- chromisation dure sur des aciers à fort pourcentage de carbone. Elle offre des surfaces d'une dureté très élevée qui résistent très bien au frottement et à la corrosion sèche, mais elles sont très fragiles.

#### **1.2.1.7. Sulfonitruration**

Ce traitement augmente la résistance à l'usure en améliorant considérablement le frottement par autolubrification. La profondeur traitée est de 0,2 à 0,5 mm. La surface de la pièce est enrichie en soufre par chauffage vers 750°C. Tous les matériaux ferreux peuvent être sulfonitrurés. Un autre traitement à basse température s'effectue par électrolyse en bain de sels à 190°C sur des aciers et sur des fontes. La pénétration est moins grande que pour la sulfonitruration mais la température plus basse n'occasionne pas de revenu parasite. Aucune reprise d'usinage ne doit être faite après le traitement. Ce traitement ne peut pas s'appliquer sur des aciers contenant plus de 12% de chrome. Les aciers cémentés trempés, les aciers et les fontes trempés peuvent recevoir ce traitement.

### 1.3. Traitement thermochimique au bore

La boruration est un procédé de diffusion thermochimique. La surface d'une pièce est enrichie en bore à des températures de traitement entre environ 800 et 1050 °C. Par conséquent, il y a formation de couches homogènes de borures. La dureté élevée, mais également la structure particulière de la couche borurée, procurent à la surface une résistance à l'usure extraordinaire et une bonne tenue à la corrosion.

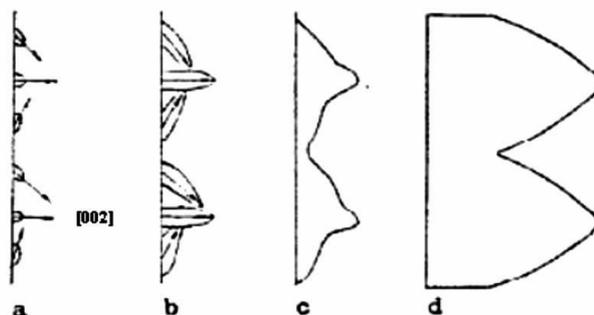
Tous les aciers, sauf rapide et inox, peuvent subir ce traitement, mais les éléments d'alliage et le carbone diminuent l'épaisseur de la couche borurée. Traitement possible sur la fonte.

La boruration est l'un des traitements thermochimique les plus utilisés.

Ce procédé comprend quatre étapes :

- un milieu de réaction qui peut libérer du bore à l'état atomique à partir d'une source en bore, germination aléatoire de certains germes du borure  $Fe_2B$  ;
- le contact entre les atomes de bore et ceux la surface du substrat forme des liaisons chimiques grâce au phénomène d'absorption, croissance prononcée des germes le long de la direction  $[002]$  ;
- le début de germination des borures métalliques sous forme d'aiguilles  $Fe_2B$  ;
- Fin de croissance de ces aiguilles en donnant naissance à une couche compacte et continue de  $Fe_2B$  [4].

La figure 1.2 schématise les différentes étapes de la germination et croissance des aiguilles du borure  $Fe_2B$  dans le cas de boruration des alliages du fer.



**Figure 1.2.** Le schéma montrant la croissance de la couche  $Fe_2B$  [4].

### Les propriétés des couches de borure.

Valeurs de dureté élevées : Alliages ferreux (1600 à 2100 HV), alliages à base nickel (2800 HV), alliages à base de Titane jusqu'à 4000 HV.

Adhérence optimale, faible tendance à la soudure à froid, coefficients de dilatation comparables pour tous les alliages ferreux, bonne résistance à la température.

L'épaisseur de la couche peut être réglée pendant la durée du traitement. Elle varie de 5 à 10  $\mu\text{m}$  pour des pièces de construction, où il faut diminuer la tendance à la soudure à froid, jusqu'à des valeurs de 300  $\mu\text{m}$  pour des pièces, où une diminution de l'usure est demandée. Le choix du matériau en dépendra. Généralement, l'épaisseur de la couche atteignable diminue si le taux d'alliage augmente.

#### **1.3.1. Le principe de la boruration**

La boruration est un procédé de diffusion thermique, qui se fait dans le domaine de températures (800-1050°C) durant des temps allant de 0,5 à 10 h en utilisant un agent borurant qui libère du bore à l'état atomique. La conséquence d'un tel traitement est la formation des borures qui possèdent d'intéressantes propriétés physico-chimique, mécaniques et tribologiques [5]. Le tableau 1.1 montre les phases formées dans la couche borurée entre le bore et différents métaux de transition, avec les valeurs de microdureté [6].

Le procédé de boruration consiste à placer les pièces à traiter dans un milieu solide, liquide ou gazeux très riche en bore, puis les mettre dans un conteneur, en général hermétique, porté à une haute température dans des fours.

Ce traitement qui peut être appliqué à une large gamme de matériaux (alliages ferreux, alliages non ferreux à base de Ni, Ti, Co,... et cermets) [7,8] a fait l'objet de beaucoup de recherches à cause des bonnes propriétés mécaniques et chimiques apportées aux matériaux traités. En effet, la boruration 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. 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 [9].

Le traitement de boruration forme des couches superficielles riches en bore, d'une épaisseur comprise entre 40 et 300  $\mu\text{m}$  et présentent une bonne résistance à la corrosion dans certains acides comme : le HCl,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$  et  $\text{HClO}_4$  [10,11].

**Tableau 1.1.** Phases et duretés de borures de certains métaux de transition [6].

<b>Substrat</b>	<b>Phases</b>	<b>Micro-duretés Hv</b>
<b>Fer</b>	FeB	1900-2100
	Fe <sub>2</sub> B	1800-2000
<b>Cobalt</b>	CoB	1850
	Co <sub>2</sub> B	1500-1600
<b>Nickel</b>	Ni <sub>4</sub> B <sub>3</sub>	1600
	Ni <sub>2</sub> B	1500
	Ni <sub>3</sub> B	900
<b>Molybdène</b>	Mo <sub>2</sub> B	1660
	MoB <sub>2</sub>	2400-2700
<b>Titane</b>	TiB	2500
	TiB <sub>2</sub>	3370
<b>Tungstène</b>	W <sub>2</sub> B	2700
	WB	2700
	W <sub>2</sub> B <sub>5</sub>	2700
<b>Niobium</b>	Nb <sub>2</sub> B <sub>2</sub>	2600-3000
	NbB <sub>4</sub>	2600-3000
<b>Tantale</b>	Ta <sub>2</sub> B	3200-3500
	TaB <sub>2</sub>	2500

### 1.3.2. Les différents milieux de boruration

En fonction de l'état du milieu de boruration on distingue trois types de traitement de boruration :

#### 1.3.2.1. La boruration en milieu 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 [12].

- La boruration électrochimique dans un bain de sel fondu

Pour ce type de traitement, les électrolytes les plus utilisées sont à base de tétraborate de sodium  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (borax) et le tétrafluoroborate de potassium  $\text{KBF}_4$ .

La composition chimique du bain électrolytique est choisie en fonction de la température d'utilisation. Par exemple, les électrolyses à base de  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  sont utilisés dans l'intervalle de température 850-1050°C, tandis que les électrolytes à base  $\text{KBF}_4$  sont utilisés dans la gamme de température de 600-850°C. Dans les deux cas, la boruration électrolytique donne lieu à des couches borurées de type biphasée ( $\text{FeB} + \text{Fe}_2\text{B}$ ) [9].

- La boruration chimique dans un bain de sel fondu

La boruration chimique est réalisée aussi dans un bain de sels fondus. Ce procédé est basé sur la différence de potentiel électrochimique qui s'établit entre la pièce traitée et l'agent réducteur présent dans le bain de boruration. La source de bore est le plus souvent constituée de  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (Borax). Cependant l'agent réducteur peut être un carbure ( $\text{B}_4\text{C}$  ou  $\text{SiC}$ , un métal pur ( $\text{Al}$  ou  $\text{Si}$ ) ou un ferro-alliage ( $\text{Fe-Si}$ ,  $\text{Fe-Mn}$ ,...).

On peut également ajouter des chlorures ou des carbonates de métaux alcalins aux sels de boruration, afin d'améliorer les propriétés physico-chimiques des couches borurées. Ce qui réduit les coûts du traitement de boruration [12]. Selon la composition chimique du bain, le temps de traitement et la température de boruration, on peut soit obtenir une couche monophasée ( $\text{Fe}_2\text{B}$ ) ou biphasée ( $\text{FeB}+\text{Fe}_2\text{B}$ ).

### **1.3.2.2. La boruration en milieu gazeux**

La boruration gazeuse est basée sur la décomposition thermique des composés volatils à base de bore. Ce procédé fournit un meilleur contrôle de l'atmosphère gazeuse. De plus, il est applicable pour les grandes pièces. Malgré ces avantages, ce procédé est coûteux et son utilisation commerciale est limitée. Il n'est pas répandu dans l'industrie, car il utilise des gaz très toxiques et explosifs, de plus les agents de boruration gazeuse sont très sensibles aux moindres traces d'humidité. Les composés utilisés dans ce procédé sont à base de bore :

- diborane ( $\text{B}_2\text{H}_6$ )

Le mélange de diborane –hydrogène ( $\text{B}_2\text{H}_6\text{-H}_2$ ) permet d'obtenir des couches de borure de qualité satisfaisante. En raison de la toxicité et de l'inflammabilité de diborane. Ce procédé est très peu utilisé dans l'industrie.

- Composition organiques à base du bore.

Le triméthyl de bore  $(\text{CH}_3)_3\text{B}$  et le triéthyl de bore  $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{B}$  sont les composés les plus utilisés. Ils sont très riches en carbone, c'est un genre cémentation. Ce traitement confère aux aciers traités, une couche borurée de qualité réduite.

- Les halogénures du bore ( $\text{BF}_3$ ,  $\text{BCl}_3$  ou  $\text{BBr}_3$ ).

L'inconvénient de ce type de traitement, c'est que les halogénures du bore provoquent une corrosion importante des surfaces des pièces traitées. Ce qui engendre des couches borurées moins compactes et présentant des porosités.

### **1.3.2.3. La boruration dans un milieu à l'état solide**

Dans ce type de traitement de boruration le bore est fourni par un milieu à l'état solide. Le bore amorphe permet d'avoir des couches minces et poreuses. Les produits les plus utilisés dans ce traitement sont les poudres de ferrobore et les poudres des carbures de bore.

La méthode des poudres et la plus utilisée à l'échelle industrielle en raison de sa simplicité et de la propreté des pièces qu'elle produit, la boruration dans des poudres est la technique la plus utilisée actuellement dans la plupart des pays industrialisés. Cette technique consiste à emballer les pièces à traiter dans des caisses en acier inoxydable remplies de poudre de boruration, puis à chauffer ces caisses dans des fours à moufles.

La technique des pâtes est surtout utilisée pour la boruration partielle des pièces. Les pièces à traiter sont couvertes d'une pâte à base du bore, puis chauffées dans un four sous une atmosphère d'argon. Les zones à ne pas borurer sont protégées par un dépôt électrolytique de cuivre qui empêche la diffusion du bore.

Les pâtes de boruration se composent :

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

Les poudres de boruration ayant généralement une mauvaise conductibilité thermique, des temps relativement importants doivent être programmés pour l'homogénéisation de la

température. D'une manière générale, le ciment utilisé dans ce procédé est constitué d'au moins trois principaux composants :

- La source de bore

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

- L'activant

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

- Le diluant

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

D'autres constituants complémentaires peuvent être ajoutés au ciment, à savoir :

- Le modérateur

Ce composé lorsqu'il est allié à la source de bore, permet de contrôler l'activité du bore dans le ciment.

- Le réducteur

Ce composé ajouté en faible quantité pour éviter l'oxydation des principaux constituants au cours de la formation de la couche de diffusion.

La société Electroschmelzwerk Kempton [13] a mis au point une poudre industrielle sous forme granulés à base de bore, commercialisée sous le nom de Ekabor ou Durbori, qui ont montrées leur efficacité comme poudre de boruration.

L'ajout de fluoroborates dans le mélange de boruration le rend plus efficacité et abaisse la température de traitement [14].

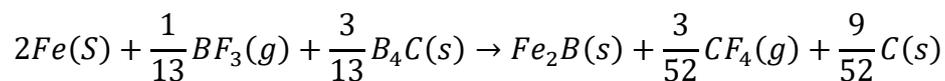
Les compositions chimiques des mélanges de poudres les plus utilisées à l'échelle industrielle [5] sont :

- 5%  $B_4C$ , 90% SiC, 5%  $NaBF_4$  ;

- 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, 5% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ;
- 95% B<sub>4</sub>C, 5% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ;
- 85% B<sub>4</sub>C, 16% Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>.

Les réactions chimiques qui ont lieu au cours de la boruration par voie solides sont :

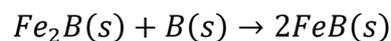
Le fer et le carbure de bore B<sub>4</sub>C réagissent avec le gaz BF<sub>3</sub> suivant la réaction chimique :



Au contact du borure Fe<sub>2</sub>B, à la température de 600°C, le carbure B<sub>4</sub>C se décompose selon la réaction chimique suivante :



Le bore doit ensuite diffuser à travers la couche Fe<sub>2</sub>B en direction du substrat. Le borure FeB peut aussi se former si la concentration en bore est de 16,23% en masse, selon la réaction chimique suivante :



### 1.3.3. Influence des éléments d'addition sur la boruration

L'addition d'éléments d'alliage tels que : le carbone, le chrome, le vanadium, molybdène, le manganèse et le nickel dans le matériau traité modifie la morphologie et les propriétés des couches borurées [15]. Ces éléments entrent en compétition avec le bore et ils peuvent avoir une influence directe sur la cinétique de boruration.

#### - Le chrome

Il a une grande affinité pour le bore, il favorise 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 carbone

A cause de la faible solubilité du carbone 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  $Fe_{23}(B,C)_6$ . L'augmentation de la teneur en carbone réduit ainsi l'épaisseur de la couche borurée.

- Le nickel

Sa faible solubilité dans les borures entraîne une ségrégation dans les couches sous-adjacentes à  $Fe_2B$ . Les aciers au nickel présentant des couches borurées à dureté réduite. La diminution de la dureté n'est pas observée sur les aciers au nickel-chrome. Ce qui est dû à la formation des borures complexes suivants :  $(Fe, Ni, Cr) B$  et  $(Fe, Ni, Cr)_2B$ .

- Le manganèse

Il n'a aucune influence sur les couches borurées, il se dissout dans le borure  $Fe_2B$  plutôt que dans le borure  $FeB$ .

- Le molybdène

Il ya formation de composés complexes de type  $(Fe, Mo) B$  et  $(Fe, Mo)_2 B$ , par substitution partielle du fer par du molybdène dans les deux borures  $FeB$  et  $Fe_2B$ . Ils entravent la croissance de la couche borurée obtenu, leur dureté est proportionnelle à la teneur en molybdène.

#### **1.3.4. Diagramme d'équilibre Fer-Bore**

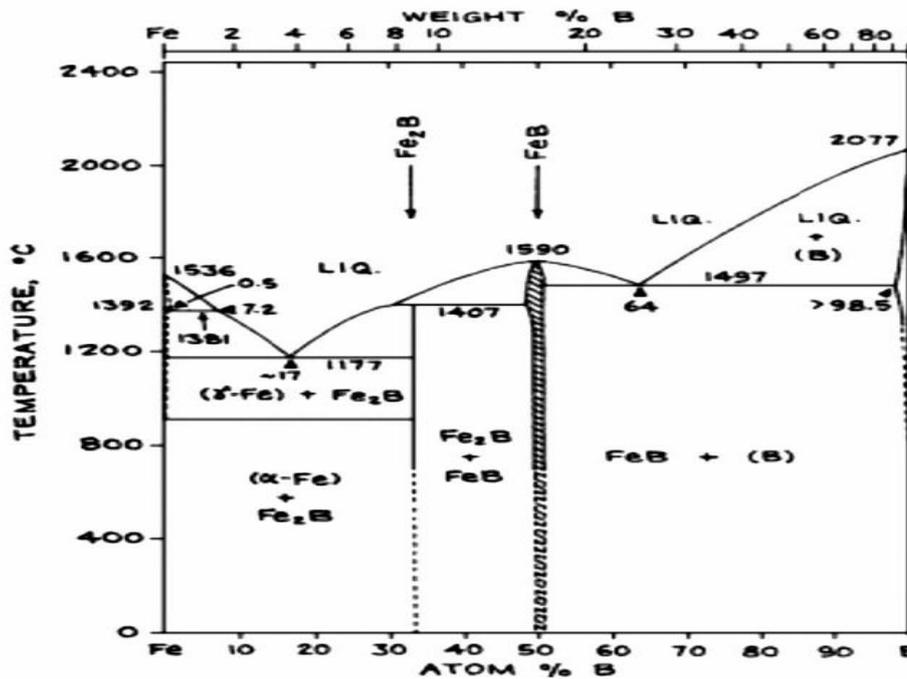
La diffusion du bore dans le fer forme une solution solide. Cependant, La majorité des résultats obtenus montre que le bore se dissout dans les sites interstitiels de la phase  $\gamma$  et en substitution dans la phase  $\alpha$ . Toutefois le bore est très peu soluble dans le fer comme indiqué dans le tableau 1.2 [16].

Le digramme d'équilibre Fer-Bore (Fig. 1.3) montre les phases de borures susceptibles de se former lors de la boruration du fer [16]. Il y a d'abord saturation du fer par le bore à l'état atomique pour une solution solide du bore dans le fer suivi de la formation des deux borures de fer  $FeB$  et  $Fe_2B$ .

Les résultats de la majorité des recherches montre que le bore se dissout dans les sites, bien qu'il reste un sujet de controverse entre chercheurs.

**Tableau 1.1.** La solubilité du bore dans le fer à différentes températures [16].

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



**Figure 1.3.** Diagramme de phase du système Fer-Bore [17]

Le diagramme de phases Fer-Bore est une référence indispensable, utilisé pour comprendre expliquer la formation des solutions solides du bore dans le fer, deux types de borures de fer existent :

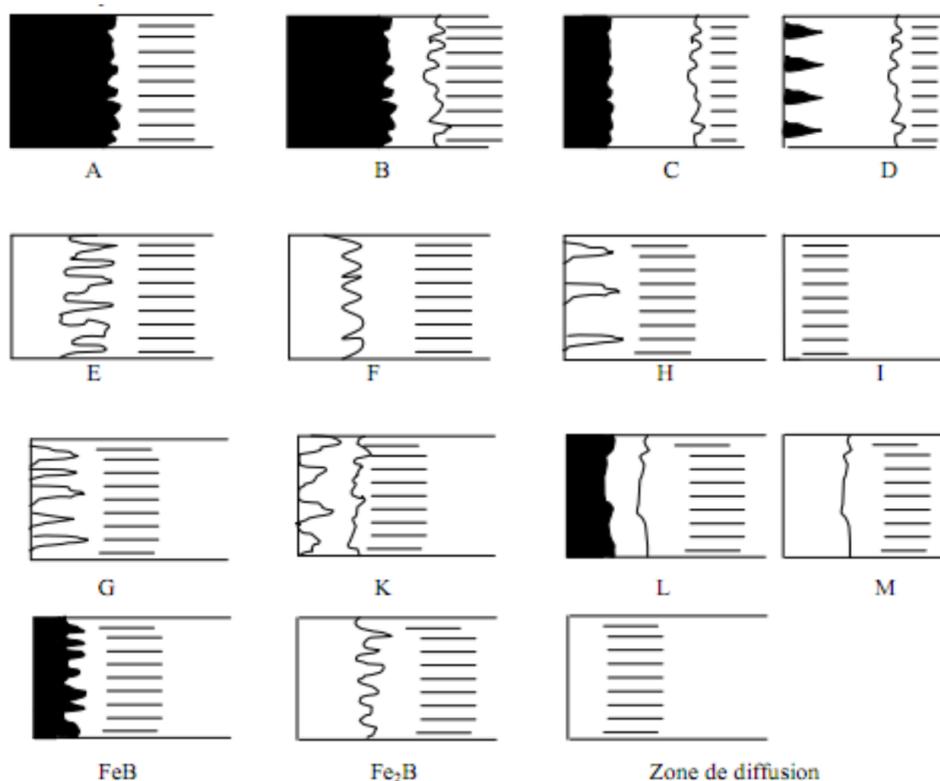
- Fe<sub>2</sub>B : avec une concentration atomique en bore de 33,33. Ce borure forme avec le fer un eutectique à 1149°C.

- FeB : avec une concentration atomique en bore de 50 %. Ce borure n'est stable que pour des compositions chimiques bien déterminées.

### 1.3.5. Morphologie des couches borurées

Les conditions de boruration (milieu, température, temps...) influent sur la morphologie des couches borurées. Elles peuvent être monophasées (Fe<sub>2</sub>B uniquement) ou biphasées (FeB vers l'extérieur de la surface et Fe<sub>2</sub>B vers l'intérieur).

Le choix de telle ou telle morphologie (biphasée ou monophasée) est dicté par les conditions de travail de la pièce (solllicitations mécaniques). 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. Pour une bonne résistance à l'usure abrasive sans choc, la couche biphasée est préférée à cause du borure FeB, qui est plus dur que le borure Fe<sub>2</sub>B, alors que la couche monophasée est plus souhaitée dans les sollicitations aux chocs [9]. Les différents types des couches borurées qui peuvent être obtenues après un traitement de boruration sont présentés dans la Figure 1.4.



**Figure 1.4.** Morphologie des couches borurées [18].

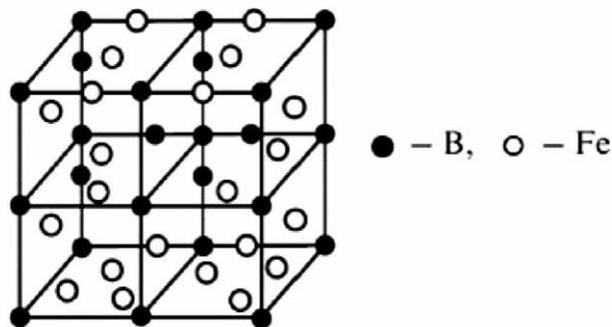
Les morphologies des couches borurées sont :

- Couche A : couche monophasée, formée exclusivement de FeB ;
- B : couche biphasée formée de Fe<sub>2</sub>B et FeB ;
- C : couche biphasée, où l'épaisseur de la couche FeB est petite par rapport à celle de Fe<sub>2</sub>B ;
- D : couche biphasée, la couche FeB se présente sous forme d'aiguilles isolées ;
- E : couche monophasée, formée de Fe<sub>2</sub>B avec une morphologie en dents de scie ;
- F : couche monophasée, exclusivement Fe<sub>2</sub>B, moins dentée ;
- G : couche Fe<sub>2</sub>B, avec des aiguilles d'épaisseurs variables ;
- H : couche Fe<sub>2</sub>B, avec des aiguilles isolées ;
- I : zone de diffusion (exempte de borures) ;
- K : couche dégénérée ;
- L : couche biphasée de FeB et de Fe<sub>2</sub>B, avec une morphologie plane ;
- M : couche monophasée formée de Fe<sub>2</sub>B, avec une morphologie plane ;

### 1.3.6. Structures cristallines des borures de fer

#### 1.3.6.1. Le borure de fer FeB

Le réseau cristallin du borure FeB est un système orthorhombique (figure 1.5).



**Figure 1.5.** Réseau cristallin du borure de fer FeB [19].

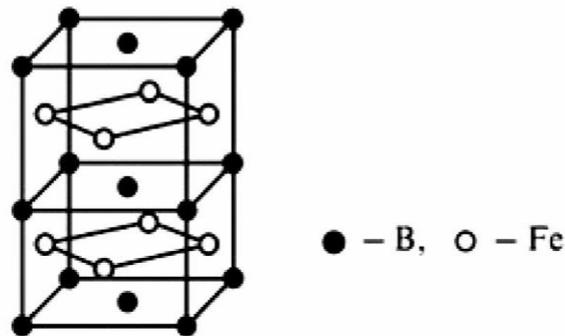
La maille élémentaire est composée de quatre atomes de fer et de quatre atomes de bore. Ces derniers occupent les centres des prismes trigonaux. La distance inter-atomique B-B est de l'ordre de 0,177 nm.

Les paramètres de la maille de la phase FeB sont :

$a = 0.4053 \text{ nm}$  ;  $b = 0.5495 \text{ nm}$  ;  $c = 0.2946 \text{ nm}$ .

### 1.3.6.2. Le borure de Fer Fe<sub>2</sub>B

Le Borure Fe<sub>2</sub>B cristallise selon un réseau quadratique centré (figure 1.6).



**Figure 1.6.** Réseau cristallin du borure de fer Fe<sub>2</sub>B [19]

La maille élémentaire est composée de douze atomes. L'arrangement des quatre atomes de bore est décrit dans la figure 1.6. Les paramètres de maille sont :  $a = b = 0.5078 \text{ nm}$  ;  $c = 0.4249 \text{ nm}$ .

La formation de FeB et de Fe<sub>2</sub>B dépend de plusieurs paramètres tels que la durée de traitement, la température du traitement, la concentration en bore et la composition chimique de la surface du substrat [20, 21].

### 1.3.7. Applications industrielles des pièces borurées

La boruration est appliquée à la plupart des matériaux ferreux, à l'exception des aciers porteurs d'aluminium et de silicium ; par exemple, les aciers structurels, cémentés (Fig. 1.7), revenus, d'outillage et inoxydables, les aciers coulés, les aciers ductiles et frittés, ainsi que les aciers trempés à l'air. Les matériaux tels que les alliages à base de nickel, les alliages à base de cobalt et le molybdène peuvent également être borurés. L'alliage de nickel peut être boruré sans affecter la résistance à la corrosion, tout en obtenant une surface extrêmement dure et résistante à l'usure. Les aciers qui ne conviennent pas pour la boruration sont les aciers nitrurés, plombés et resulfurés.

Les industries concernées

Pétrole et gaz, équipement agricole, automobile, emboutissage, textile (Fig. 1.8), extrusion (Fig. 1.9) et moulage par injection.



**Figure 1.7.** Industrie alimentaire : Disque de broyeur en acier de cémentation. Cémenté, boruré et trempé.



**Figure 1.8.** Industrie textile : tête de rotor pour production de fil. Acier boruré partiellement, trempe-revenu et revêtement.



**Figure 1.9.** Petites pièces en acier borurées pour travail à chaud.

### Pièces concernées

- Composants de vanne – robinets, sièges, billes, tiges, régulateur.
- Composants de pompe – logements de roue centrifuge, corps, pistons, cylindres.
- Equipement agricole – hacheurs de moissonneuse-batteuse, séparateurs, transfert de récolte, composants de coupe.
- Automobile – pompes à huile de moteur diesel, engrenages (Fig. 1.10).
- Emboutissage – matrices, outillage.
- Textile – tambours guide-fil.
- Moule d'injection et d'extrusion – tarières de moulage, barils, composants de matrice.



**Figure 1.10.** Engrenages à forte sollicitations, boruration de la denture augmente sensiblement la durée de vie.

## ***CHAPITRE II***

# ***LES TECHNIQUES D'ETUDE DE L'ADHERENCE DES SURFACES BORUREES***

## 2.1. L'adhérence

Les dépôts durs obtenus par différents procédés, procédé PVD, procédé CVD, projection thermique et traitements thermochimiques, 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.

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 d'un 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 (interactions métallurgique).

L'adhérence est une notion macroscopique complexe liée aux énergies de rupture faisant intervenir l'énergie d'adhésion mais aussi tous les phénomènes accompagnant la propagation d'une fissure. Elle peut être déterminée par des essais mécaniques cherchant à séparer les 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. Dans ce chapitre, on s'intéresse à quelques essais largement utilisés dans l'étude de l'adhérence, à savoir :

- L'indentation normale (Test Daimler-Benz Rockwell C).
- L'indentation interfaciale.
- Scratch test.

## 2.2. L'indentation

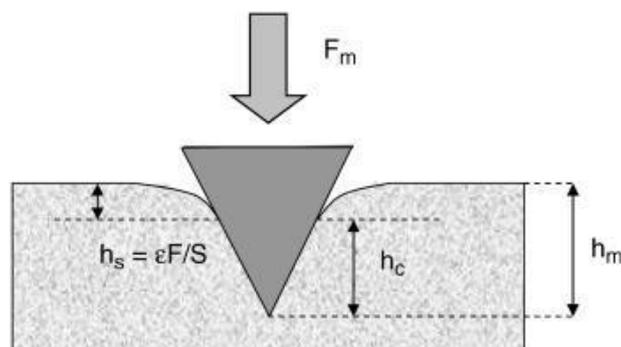
L'indentation est un outil ancien, qui est mentionné dès 1890 par Huygens dans son Traité de la Lumière [22]. L'intérêt pour cette propriété est allé grandissant que ce soit pour protéger les objets des rayures ou au contraire pour les polir. En 1950, Tabor publie son livre The Hardness of Metals qui établit la discipline [23]. A partir des années 80, l'indentation

instrumentée apparaît, elle conduit à l'essor des techniques de caractérisation mécanique des surfaces. De nombreux conférences et numéros spéciaux de revue sont consacrés à ce sujet. En France, la commission Indentation apparaît en 2009 fruit d'activités existant depuis 2000. Au fil des ans, l'outil d'indentation s'est révélé incontournable pour l'étude des matériaux quels qu'ils soient. Nous rappelons rapidement les principes généraux avant de décrire la technique d'indentation instrumentée et ses applications à l'étude de plasticité de surface et des revêtements [24].

Soit un chargement normal d'une pointe au contact de l'objet d'étude (Fig. 2.1). On définit deux géométries dites émoussée (pointe sphérique) et pointue (pointe conique ou pyramidale) [23,25]. Le chargement élastique de telles pointes est bien connu et décrit respectivement par les équations de Hertz et Sneddon. Les choses se compliquent dès lors que l'on considère qu'à la déformation élastique s'ajoute une déformation irréversible : plastique, visqueuse ou fragile. Des approches empiriques existent mais la modélisation (par éléments finis notamment) s'avère indispensable. En outre, il faut considérer les inhomogénéités des matériaux (joints de grain, défauts, gradient de composition, interface). On définit la dureté comme la pression moyenne sur le contact. Celle-ci traduit la résistance à la déformation irréversible et elle est exprimée en Pa [24].

$$H = \frac{F_m}{A}$$

Cette propriété est liée à la contrainte d'écoulement  $Y$ . On suppose en général que  $H = 3Y$ . L'instrumentation des machines d'essai permet désormais de déterminer un module élastique d'indentation  $E_r$  aussi exprimé en Pa voire la viscosité  $\eta$ . L'observation de fissures sous relativement fortes charges permet de remonter à la ténacité de l'échantillon  $K_c$  voire à la ténacité d'interface [24].



**Figure 2.1.** Contact entre un poinçon et un échantillon

La technique d'indentation est donc un outil complet de caractérisation mécanique pouvant opérer sur de petits volumes de matière. La technique est relativement simple à mettre en œuvre ce qui l'a rendu extrêmement populaire. Cependant, comme nous venons de l'indiquer la modélisation est nécessaire à l'interprétation des données et de nombreuses questions restent ouvertes. Dans la suite, nous rappelons les principes généraux de l'indentation instrumentée avant de discuter des modélisations et interprétations actuelles des comportements sous chargement local [24].

Pour l'indentation instrumentée, les machines actuelles permettent de mesurer l'enfoncement  $h$  de la pointe en fonction de la charge  $F$  appliquée pendant la charge et la décharge (Fig. 2.1). La déformation irréversible se traduit par une hystérésis de cette courbe. La courbe de décharge est souvent supposée purement élastique, ce qui permet de déterminer la pénétration de contact donc l'aire de contact  $A$ . Le module élastique d'indentation  $E_r$  est lié à la pente à la décharge  $S$  et vaut ( $\beta$ , étant un facteur relatif à la géométrie de la pointe) [24].

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} S}{2\beta \sqrt{A}}$$

### 2.2.1 Indentation normale (Test Daimler-Benz Rockwell C)

Ce test est rapide et destructif, son principe est bien représenté par la figure 2.2. Le pénétrateur de forme conique en diamant, sous l'action d'une charge normale pénètre en surface, induisant ainsi, en même temps, une déformation plastique massive du substrat et la rupture de la couche de borure. Les endommagements de la couche sont comparés à la force d'adhérence des cartes de qualité FH1 – FH6. En général, la force d'adhérence de HF1 à HF4 définit une adhérence suffisante, alors que HF5 et HF6 représente une adhérence insuffisante.

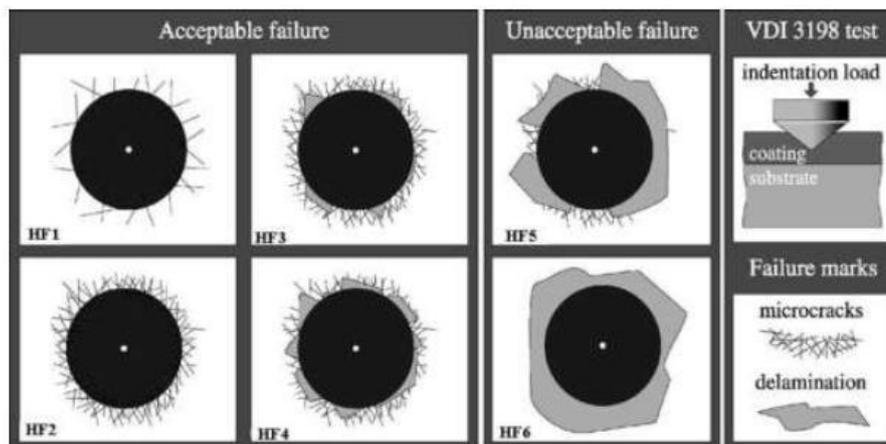
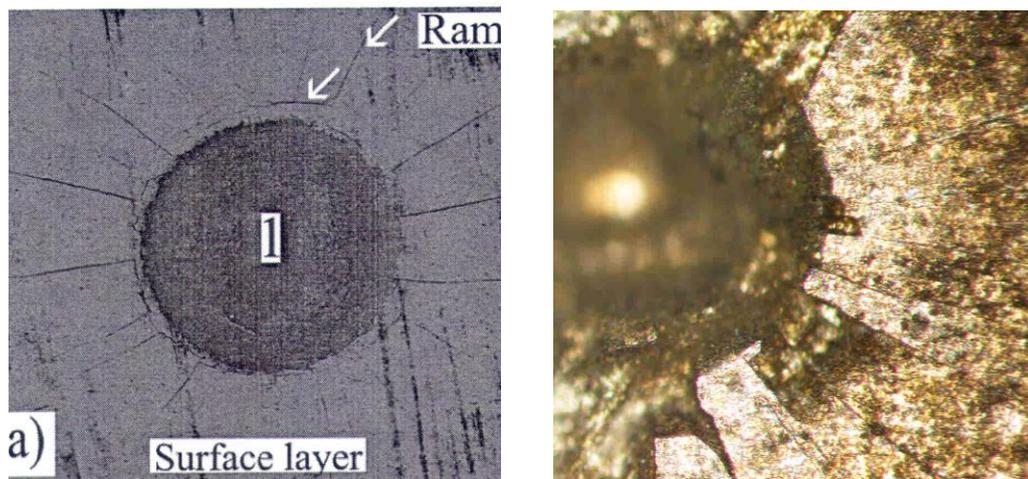
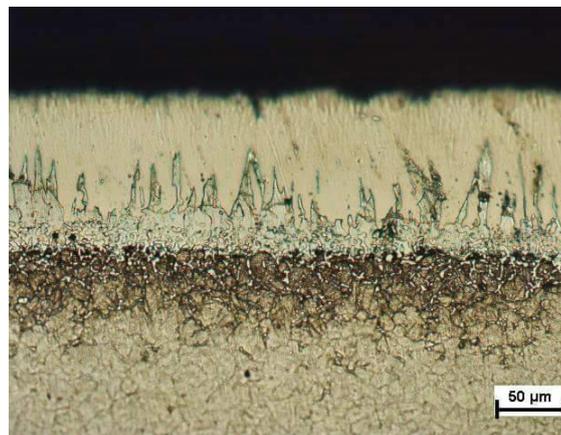


Figure 2.2. Principe du test Daimler-benz rockwell C. Norme VDI 3198.

La figures 2.3 montre deux empreintes, vues au MEB, réalisées par le test Daimler Benz Rockwell sur une couche borurée, pour étudier l'adhérence de la couche FeB à la couche Fe<sub>2</sub>B (fig. 2.4). En comparant ces deux empreintes avec les cartes types de qualité, on constate que pour la première empreinte (fig. 2.3 a) l'adhérence est suffisante, pas de délamination (décollement de couche borurée). Par contre, on remarque qu'il y a une délamination presque totale autour de la deuxième empreinte (fig. 2.3b) [26], l'adhérence est insuffisante.



**Figure 2.3.** Empreintes d'indentation test Daimler-benz rockwell C.



**Figures 2.4.** Couche borurée d'un acier à outil de nuance H 11 [26].

### 2.2.2. Indentation interfaciale

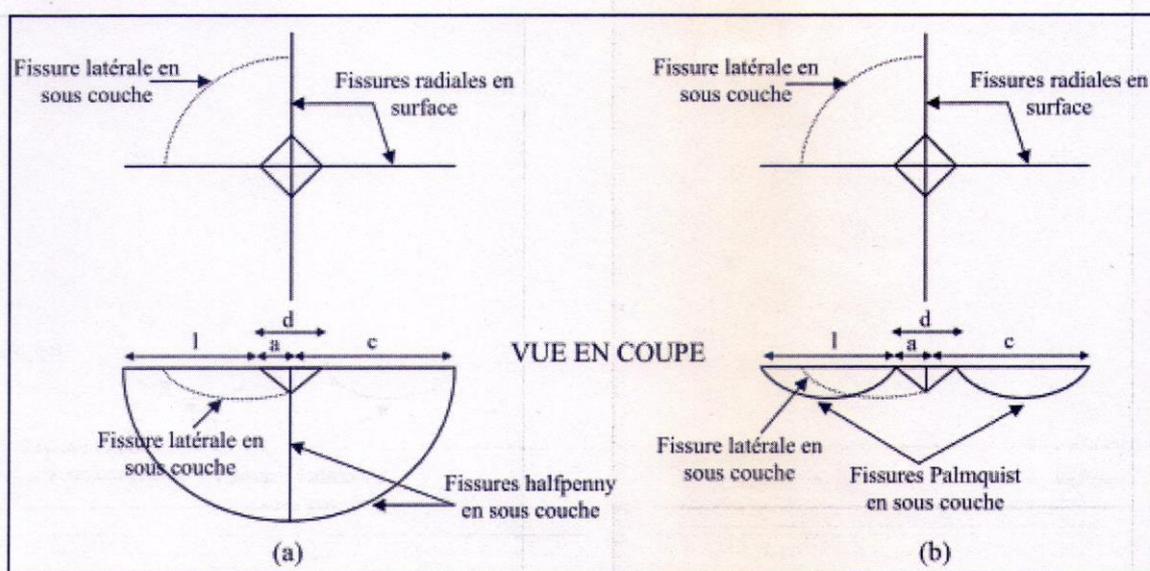
L'indentation interfaciale permet de déterminer la ténacité à la rupture à l'interface substrat-revêtement. Ce revêtement peut être soft, c'est le cas des couches Fe-Zn déposées

par immersion à chaud, ou dur, c'est le cas des couches borurées ou nitrurées. Au cours de l'essai, une empreinte Vickers est réalisée sur la section transversale de l'échantillon. Des charges normales sont appliquées sur la section polie et chimiquement attaquée, à l'interface substrat-revêtement, elles varient progressivement jusqu'à l'apparition de la fissure, par exemple : 0,25 ; 0,5 ; 1,00 ; 2,00 ; 5,00 ; 10,00 et 20N. Le pénétrateur est une pyramide à base carrée avec un angle au sommet de 136°. La charge critique de fissuration à l'interface associée à la dimension de l'empreinte correspondante permet de calculer la ténacité apparente d'interface [24].

Parmi les modèles existants des plus simples, qui permettent de calculer la ténacité à la rupture  $K_{Ic}$  du revêtement, il y a le modèle suivant :

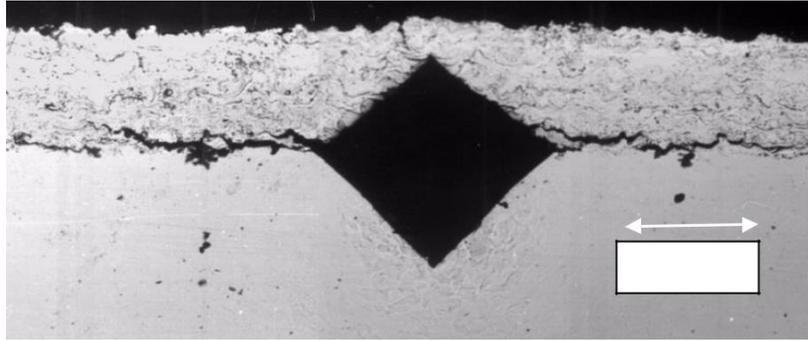
$$K_{Ic} = 0.0319 \frac{P}{al^{1/2}}$$

Ce modèle est valable pour les fissures de type radiale-médian et de type radiale-Palmqvist (fig. 2.5). Où  $P$  est la charge appliquée,  $l$  est la longueur de la fissure visible sur le bord de l'empreinte d'indentation à la charge maximale,  $a$  demi-diagonale de l'empreinte.



**Figure 2.5.** Représentation en coupe d'une fissure.

- a) de type radiale-médian ou halfpenny,
- b) de type radiale Palmqvist [ ].

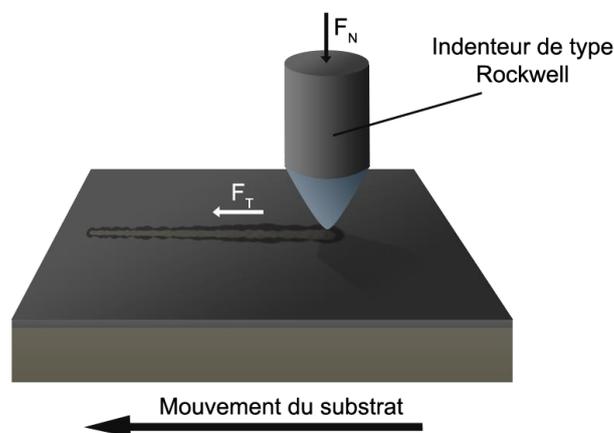


**Figure 2.6.** Indentation interfaciale d'un dépôt  $\text{Cr}_3\text{C}_2/\text{NiCr}$  [24].

La figure 2.6 montre une empreinte avec fissure à l'interface entre un dépôt  $\text{Cr}_3\text{C}_2/\text{NiCr}$  et le substrat en acier à bas carbone [24].

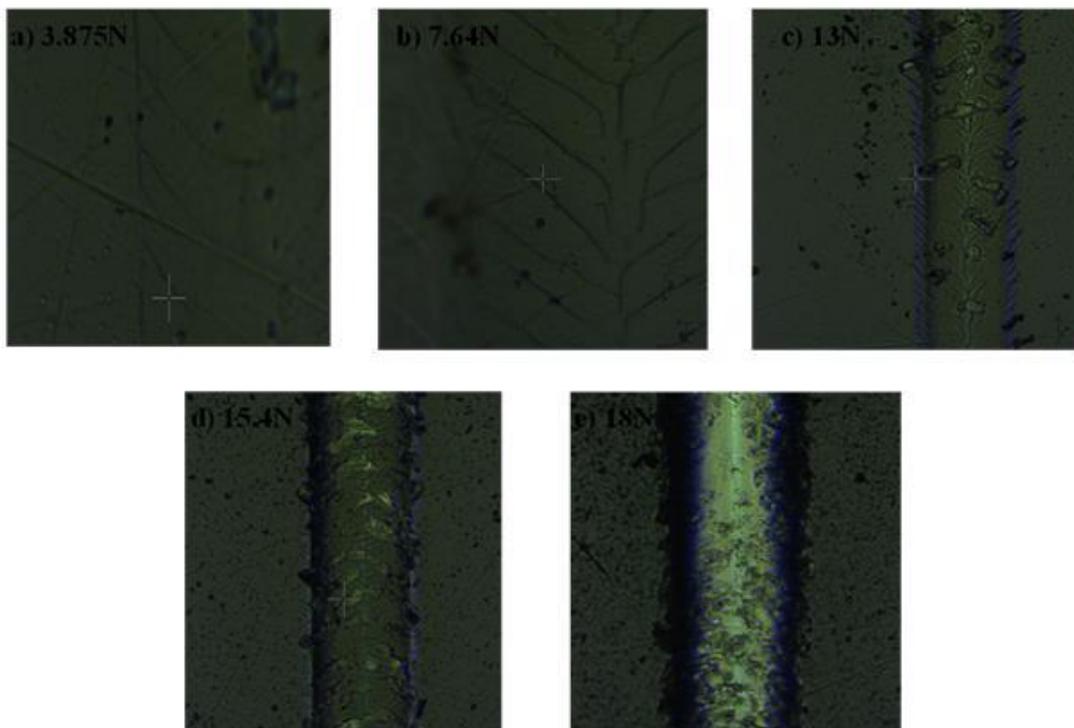
### 2.2.3. Scratch test

Le scratch test est surtout utilisé pour étudier l'adhérence des couches minces, les revêtements en WC déposés par PVD par exemple. Ce test consiste, comme le montre la figure 2.7, à déplacer sur la surface du revêtement une pointe en diamant qui peut avoir différentes géométries (Rockwell-cône d'un angle de  $120^\circ$  et d'un rayon de 0.2 mm). Au cours de ce déplacement, une force normale croissante est appliquée sur la pointe jusqu'à ce que l'endommagement du dépôt soit constaté. Le niveau de la force produisant un endommagement est détecté afin d'identifier la charge critique à l'endommagement revêtement, noté usuellement LC « critical load » [27].



**Fig. 2.7.** Principe de l'essai de rayure (Scratch test).

La mesure de l'adhérence nécessite la caractérisation de la trace par microscopie optique. Les modes d'endommagement ainsi observés permettent d'identifier la charge critique, en suivant l'évolution de la charge appliquée en fonction du déplacement de la pointe pendant l'essai de rayure. Des instruments sont utilisés pour cet essai permettent d'enregistrer et de suivre l'évolution du signal acoustique, le coefficient de frottement ou bien la topographie en fond de rayure, ceci permet de détecter d'une façon plus précise les niveaux d'endommagement (fig. 2.8) [27].



**Figure 2.8.** Micrographie en microscopie optique du sillon : divers étapes du début du scratch jusqu'au délaminage total du revêtement WC, sens du scratch de bas en haut [27].

***CHAPITRE III***  
***PARTIE EXPERIMENTALE***

### 3.1. But du travail

Ce travail consiste en l'étude de l'influence de l'état de surface sur l'adhérence de couche borurée de l'acier 42CD4. C'est un acier faiblement allié de traitement pour multiples applications. Deux paramètres variables ont été choisis pour cette étude : Ecrouissage des éprouvettes en surfaces par traitement mécanique à froid et la rugosité. Nous pouvons justifier ce choix par le fait que : la déformation à froid augmente le taux de dislocations, cela peut influencer sur la recristallisation, par conséquent, une recristallisation inachevée peut agir sur la vitesse de diffusion du bore au cours du traitement thermochimique. Aussi, plus la surface est rugueuse plus la diffusion du bore est importante, car la surface de contact entre le mélange de boruration et le matériau traité est plus grande.

### 3.2. Plan expérimental

Quatre éprouvettes en acier 42 CD4, de dimensions (10x10x20 mm) (fig. 3.1), destinées à l'étude, ont subies différents traitements selon un plan expérimental bien défini :

- Un traitement thermique de recuit à 860 °C pendant 30 minutes, pour régénérer la structure initiale.
- Les 4 éprouvettes ont subies une déformation plastique à froid en surface, à différents taux.
- Les 4 éprouvettes ont subies un traitement de boruration en caisse.
- Deux éprouvettes ont subies une trempe à l'huile ( $T = 850 \text{ °C}$ ,  $t = 30 \text{ minutes}$ ) et un revenu à 500 °C. Dans le but est d'étudier l'influence de la différence des coefficients de dilatation thermique du 42CD4 et de la couche borurée sur l'adhérence.



**Figure 3.1.** Epreuves en acier 42CD4.

### 3.3. Choix du matériau traité

On a choisi l'acier de nuance 42CD4, c'est un acier faiblement allié de traitement pour de multiples applications avec une grande résistance mécanique et une haute ténacité, souvent utilisé pour les composants automobiles fortement sollicités. Servant à de multiples usages, il est utilisé, dans la construction mécanique en général, à l'état traité et après avoir subi, en plus, une opération de trempe superficielle. Il est idéal pour la fabrication de composants de machine, axes, tourillons, bielles, arbres à manivelle, vilebrequins, arbres de transmission, pignons, roues dentées, bandages, plaques de base, pièces de montage.

La composition chimique de cet acier est présentée dans le tableau 3.1.

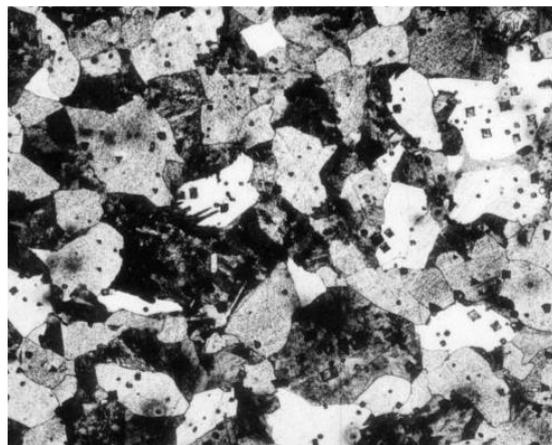
**Tableau 3.1.** Composition chimique de l'acier 42CD4.

%C <sub>(t)</sub>	%Cr	%Mo	%Ni	%Cu	%Si	%S <sub>(t)</sub>	%P <sub>(t)</sub>	%V <sub>(t)</sub>	%Fe
0,32-0,42	0,9-1,20	0,15-0,30	< 0,01	< 0,01	< 0,1	< 0,005	< 0,01	< 0,01	Compl.

Il est recommandé pour les applications demandant de très bonnes résistances mécaniques et ténacités telles que l'armement, l'outillage ou les pièces de machines. Les caractéristiques mécaniques de cet acier à l'état recuit sont présentées dans le tableau 3.2. Sa structure à l'état recuit est ferrito-perlitique homogène (fig. 3.2).

**Tableau 3.2.** Caractéristiques mécaniques du 42CD4 à l'état recuit.

Rm (N/mm <sup>2</sup> )	Re (N/mm <sup>2</sup> )	A (%)	Dureté (HV <sub>10</sub> )
500	250	20	140

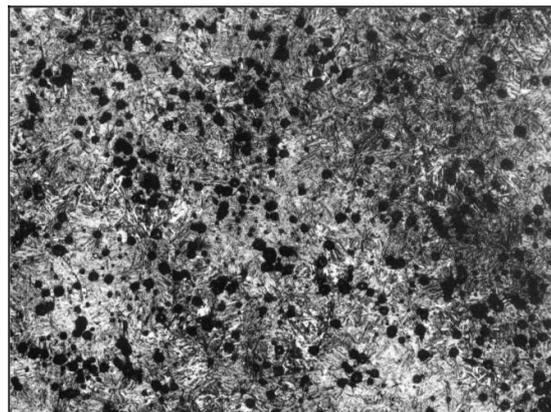


**Figure 3.2.** Structure ferrito-perlitique x 200.

La structure de ce matériau après trempe et revenu est martensitique homogène (fig. 3.3). Ses caractéristiques sont présentées dans le tableau 3.3.

**Tableau 3.2.** Caractéristiques mécaniques du 42CD4 après trempe et revenu

<b>Rm</b> (N/mm <sup>2</sup> )	<b>Re</b> (N/mm <sup>2</sup> )	<b>A</b> (%)	<b>Dureté</b> (HV <sub>10</sub> )
1650	1150	5	490 ou (45HRC)



**Figure 3.3.** Martensite homogène. x 200.

### 3.4. Description du traitement mécanique des surfaces

Nous savons que la déformation à froid augmente le taux de dislocations et autres défauts dans un matériau. En effet, au cours de la déformation il y a une accumulation d'énergie traduite par l'augmentation de la quantité des défauts d'arrangement cristallin (surfaces de séparation, lacunes, dislocations, etc.) et le renforcement en cours de déformation des contraintes résiduelles. Ceci fait que l'état d'un métal écroui est thermodynamiquement instable.

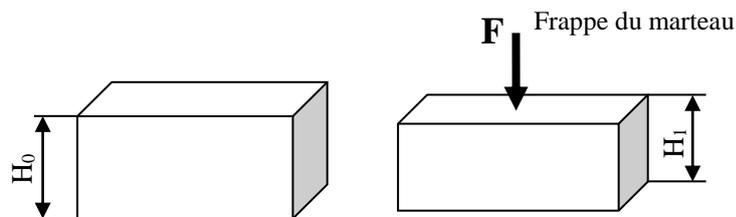
C'est cet état qu'on a essayé d'avoir à la surface de notre matériau, en faisant subir aux éprouvettes différents taux de déformation plastique à froid, sachant que la boruration se fait par diffusion du bore dans le matériau, véhiculé par les défauts. Le chauffage d'un tel métal au cours du traitement thermochimique de boruration, provoque la recristallisation, normalement, elle est suivie d'un adoucissement dû à la suppression des distorsions du réseau. Hors, pour supprimer complètement l'écrouissage, assurer une vitesse de recristallisation élevée et l'achèvement du processus, il faut chauffer longtemps à des températures supérieures à  $0.6T_f$ . Ce mode de traitement a reçu le nom de recuit de

recristallisation [1]. C'est ce qu'on a essayé de faire, étudier l'influence de écrouissage en surface sur la cinétique de diffusion et l'adhérence de couche borurée.

Sur les 4 éprouvettes programmées pour l'étude, trois ont subies chacune un taux de déformation à froid sur marteau pilon (fig. 3.4 et 3.5). Les taux de déformation enregistrés sont présentés dans le tableau 3.3.



**Figure 3.4.** Déformation à froid des éprouvettes sur marteau pilon.



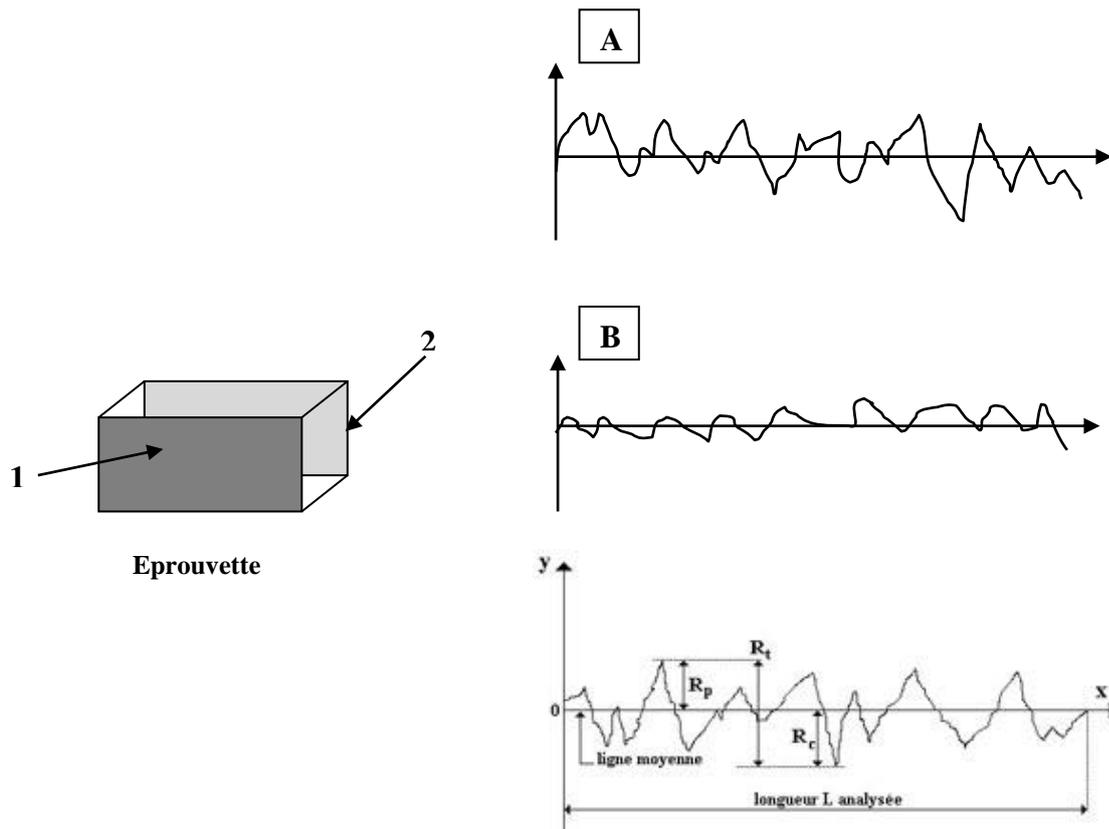
**Figure 3.5.** Mode de déformation des éprouvettes.

**Tab. 3.3.** Les taux de déformation à froid

<i>Ep.</i>	$H_0$	$H_1$	$\varepsilon = \frac{H_1 - H_0}{H_0}$	$\varepsilon$ (%)	Observations
1	-	-	-	-	L'éprouvette de référence numéro 1 ne subi aucune Déformation.
10	10,14	9,45	-0,068	-6,8	
23	9,82	8,97	-0.087	-8,7	
100	9,85	7,87	-0.201	-20,1	

### 3.5. Préparation des éprouvettes avant boruration

Avant boruration, les 4 éprouvettes ont subies au préalable un polissage pour varier la rugosité de la surface. Chacune des deux surfaces parallèles de l'éprouvette ont subies un polissage avec du papier abrasif de granulométrie 180 ou 2400, selon le mode présenté sur la figure 3.6, à l'aide d'une polisseuse de type « Bitech Europe MP séries » (fig. 3.7). Les surfaces des échantillons sont ensuite nettoyées par de l'alcool éthylique et séchées.



**Figure 3.6.** Mode de polissage et profils de rugosité types.

Une surface, quelque soit son procédé de fabrication, n'est pas une surface parfaitement lisse : selon la méthode d'usinage et les outils utilisés, mais aussi selon le matériau, elle présente de nombreuses irrégularités, micro-géométriques ou macro-géométriques. Ces irrégularités sont définies par comparaison avec une ligne "moyenne" et sont classées en deux catégories : des aspérités ou "pics", et des cavités ou "creux" (fig. 3.6). L'ensemble de ces défauts de surface constitue la rugosité.

La rugosité d'une surface donnée peut être déterminée par la mesure d'un certain nombre de paramètres. On peut citer notamment, parmi les plus utilisés :

- $R_P$  : Pic maximal observé sur la longueur analysée ;
- $R_C$  : Creux maximal observé sur la longueur analysée ;
- $R_T$  : Rugosité totale. Elle correspond à la somme du pic maximal et du creux maximal ;
- $R_A$  : La moyenne arithmétique des distances entre pics et creux successifs. "Ra" correspond à la différence entre cette distance moyenne et la "ligne centrale". Ce paramètre "moyen" permet de donner une indication générale résumant les autres paramètres de rugosité d'une surface donnée, et est par conséquent fréquemment utilisée.

La granulométrie du papier (180 et 2400) donne des profils de rugosité différents, semblables aux profils types (A) et (B) de la figure 3.6, avec des paramètres de rugosité différents (fig. 3.6C), par conséquent les surfaces de contact entre le matériau et le mélange de boruration sont différentes. Logiquement, plus la surface de contact est grande plus la quantité de Bore qui diffuse dans le matériau est importante.

### 3.6. Description du procédé de boruration en caisse

Les traitements de boruration par voie solide ont été réalisés dans un four à résistance pour traitement thermique avec auto-régulation de la température (Fig. 3.7).



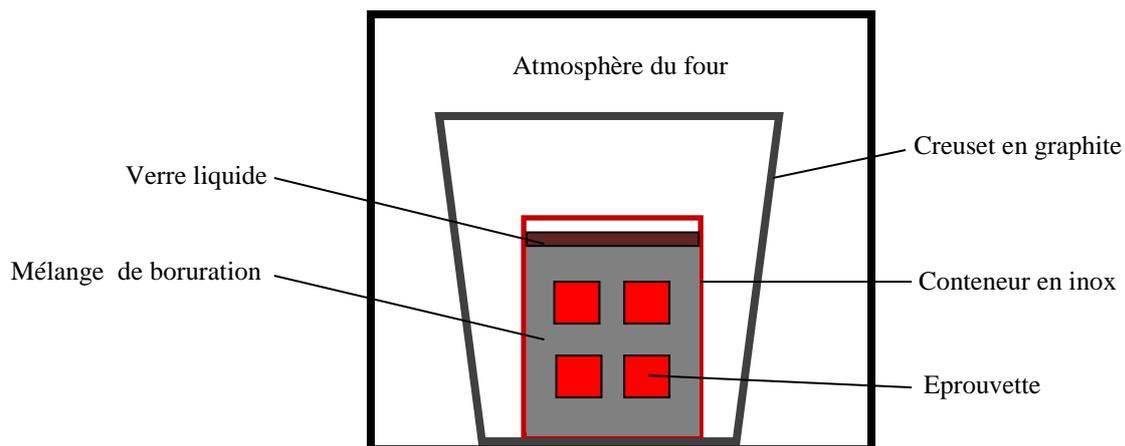
**Figure 3.7.** Four électrique de traitement thermique.

Les éprouvettes sont introduites dans un conteneur cylindrique en acier inoxydable (Fig. 3.8 et 3.9) contenant un mélange en poudre dont la composition est la suivante : (5%  $B_4C$ , 5%  $NaBF_4$  90%  $SiC$ ) (Fig. 3.10). Le bore est fourni par le carbure de bore ( $B_4C$ ), le carbure de silicium constitue l'activateur qui permet de libérer du bore à l'état actif.

Les éprouvettes sont disposées à l'intérieur du conteneur en inox selon le schéma présenté dans la figure 3.9, de manière à ce que la distance entre elles et la distance entre les éprouvettes et le conteneur ne doive être inférieure à 10 mm. Pour avoir une diffusion homogène et uniforme du bore. Au dessus du mélange, on met de la poudre de verre, qui à haute température elle liquide, assurant ainsi l'étanchéité du conteneur et éviter la pénétration de l'oxygène.



**Figure 3.8.** Creuset et conteneur en inox à la sortie du four

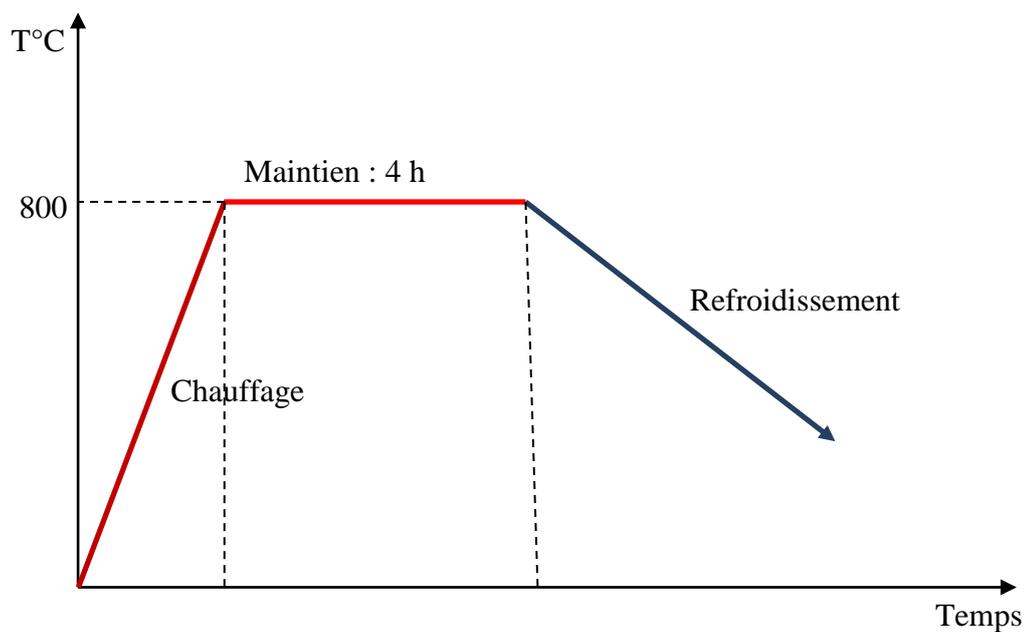


**Figure 3.9.** Mode de disposition des éprouvettes dans le conteneur à l'intérieur du four.

Les éprouvettes ont subies un traitement thermochimique de boruration à 800°C pour un temps de maintien de 4 heures (fig. 3.11). On a choisi ce régime de traitement thermochimique de boruration en se basant sur travaux déjà réalisés, afin d'éviter la formation de la couche FeB plus fragile.



**Figure 3.10.** Mélange de poudres de boruration (5% B<sub>4</sub>C, 5% NaBF<sub>4</sub> 90% SiC).

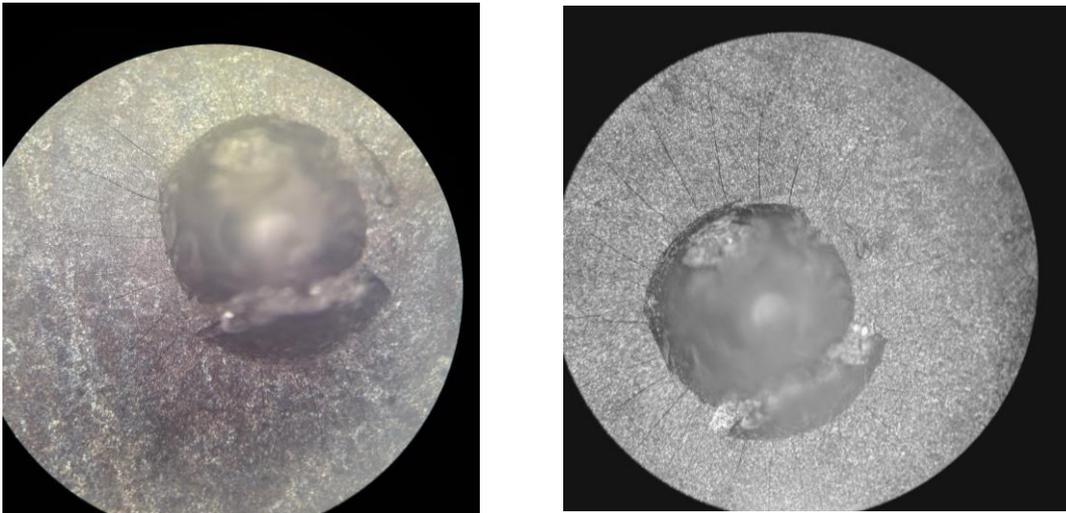


**Figure 3.11.** Le régime de traitement de boruration.

### 3.7. Essai Daimler-Benz

La technique de cet essai a été présentée en détail dans le chapitre 2. Sur les deux faces polie et rugueuse de chaque éprouvette traitée, on réalise une empreinte de dureté Rockwell avec une charge de 150 Kg. Le pénétrateur de forme conique en diamant, sous l'action d'une charge normale pénètre en surface induisant ainsi en même temps, une déformation plastique

massive du substrat et la rupture de la couche de borure. Les empreintes ainsi obtenues, ont été analysées, en comparant l'endommagement de la couche à la force d'adhérence des cartes de qualité FH1 – FH6 (Fig. 2.2). On remarque, que pour toutes les éprouvettes, en surface polie ou rugueuse, l'adhérence de la couche borurée est suffisante : pas de délamination (décollement de couche borurée) (Fig. 3.12 a et b).



**Figure 3.12.** Test Daimler-benz rockwell C.

- (a) – Surface polie.
- (b) – Surface rugueuse.

### 3.8. Essai de dureté

Nous avons réalisé des essais de dureté Vickers ( $HV_{500}$ ) en surface. Les résultats sont présentés dans le tableau 3.4. On constate que la dureté n'est pas très élevée, cela s'explique d'abord par le fait que le substrat est un acier faiblement allié. La présence des éléments d'alliages (comme le carbone, le chrome, Vanadium, Molybdène, manganèse, nickel) dans le substrat modifie la morphologie et les propriétés des couches borurées [15]. De ce fait, ces éléments entrent en compétition avec le bore et ils peuvent avoir une influence directe sur la cinétique de boruration et la dureté. Nous savons aussi que la température et le temps de boruration influent sur l'épaisseur et les phases de la couche borurée. En effet, une température moins élevée (800- 850°C) et temps de 4 heures favorisent la formation de la phase  $Fe_2B$  (1300 – 1500 HV) au détriment de la phase FeB plus dure (1800 – 2400 HV).

On constate également qu'il n'y a pas une différence significative entre la dureté de la surface polie et de la surface rugueuse.

L'écroissage de la surface avant le traitement thermochimique ( Tab.3.3) semble agir sur la dureté. La dureté est de l'ordre de (1085 – 1154 HV) pour l'éprouvette ayant subi un taux de déformation à froid de 6,8 %, et elle est de l'ordre de (755 – 900 HV) pour l'éprouvette ayant subi une déformation maximale à froid de 20%. L'explication la plus plausible, est que plus le taux de déformation est élevé plus la température de début de recristallisation est basse, par conséquent la vitesse de diffusion du bore est moyen élevée. Car il y a moyen de défaut pour faire véhiculer le bore.

**Tableau 3.4.** Dureté Vickers.

<i>Ep</i>	Dureté HV(500) Surface polie	Dureté HV(500) Surface rugueuse
1	-	-
10	1154	1085
23	1008	870
100	755	900

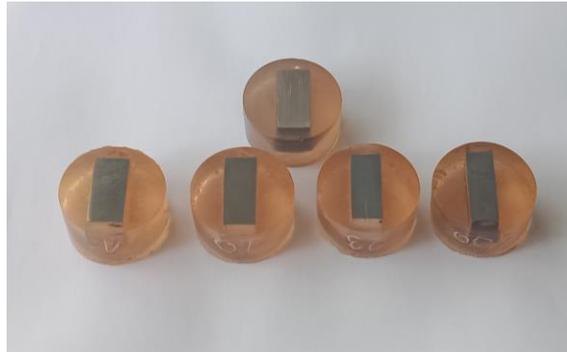
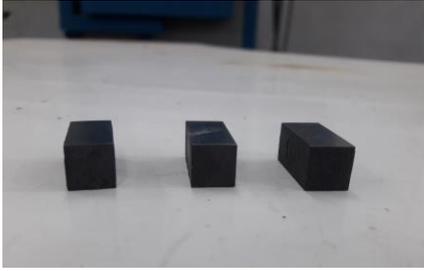
### 3.9. Etude microstructurale

#### 3.9.1. Préparation des éprouvettes

Pour révéler les microstructures après traitement thermochimique de boruration, les éprouvettes ont été enrobées à froid par de la résine, pour subir ensuite un polissage mécanique à l'aide d'une polisseuse de type « Bitech Europe MP séries » (Fig. 3.13). Les papiers abrasifs utilisés sont en SiC de granulométrie décroissante (180÷4000). La finition a été réalisée à l'aide de la poudre d'alumine. Après polissage, les échantillons subissent une attaque chimiquement à l'aide d'une solution de nital à 4% pour être observés au microscope optique (Fig. 3.14).



**Figure 3.13** Polisseuse de type Bitech Europe MP.



**Figure 3.14.** (a) – Eprouvettes traitement thermochimique.  
(b) – Eprouvettes dans les moules.  
(c) - Eprouvettes enrobées.

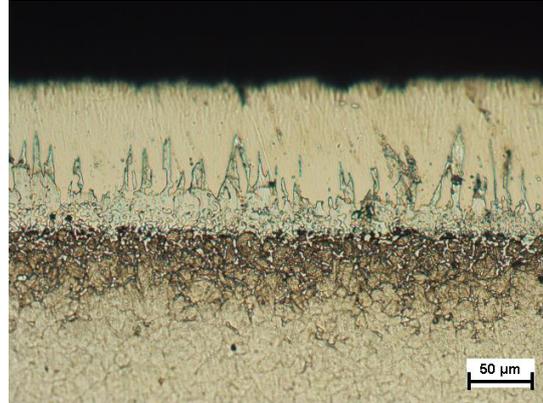
### 3.9.2. Observation des couches borurées au microscope optique

L'attaque chimique au nital de la couche borurée de l'éprouvette à l'état recuit a révélée une microstructure formée principalement de la phase  $Fe_2B$  (Fig. 3.15). Elle a une forme en dents de scie. La couche  $FeB$ , plus dure mais poreuse est fragile, est absente pour le régime choisi ( $T = 800^{\circ}C$  ;  $t = 4$  heures) ; on peut obtenir une couche monophasée ( $Fe_2B$ ), en agissant sur la composition chimique du bain, le temps de traitement et la température de boruration.



**Figure 3.15.** Couche traitée formée uniquement de phase  $Fe_2B$

Pour une couche borurée biphasée, La phase FeB se trouve en surface au dessus de la phase Fe<sub>2</sub>B, visible sur la figure 3.16 [26]. Cette constatation est valable pour 4 éprouvettes étudiées. L'épaisseur de la couche borurée est estimée à 25 µm.



**Figure 3.16.** Couche borurée biphasée d'un acier à outil (T = 1000°C, t = 8 h) [26].

Faute de temps, on n'a pas pu réaliser une étude microstructurale plus détaillée de la couche traitée, avec des photos de meilleur qualité et tracer des profils de micro-dureté de la surface au substrat, indispensables pour ce genre d'étude.

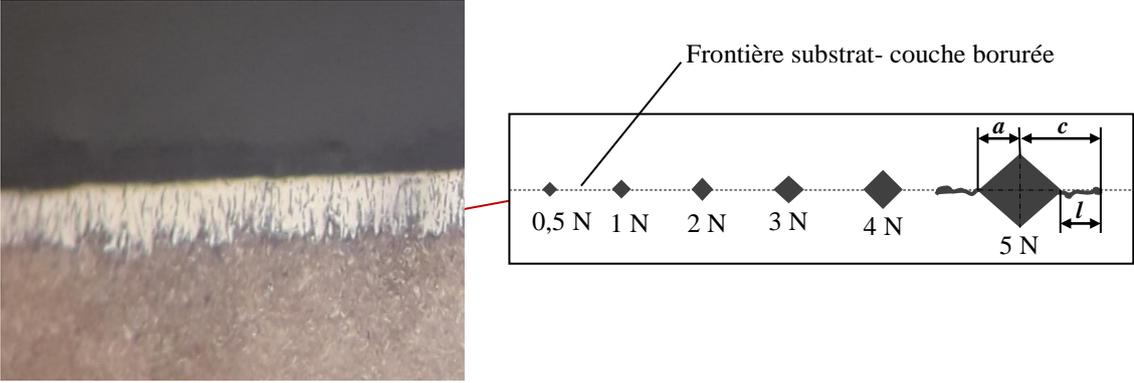
### 3.10. Indentation interfaciale

De même, on a programmé de réaliser une indentation interfaciale afin de déterminer la ténacité à la rupture à l'interface substrat-revêtement. Le principe de cette technique est assez facile à mettre en œuvre :

A l'interface substrat-revêtement, une empreinte Vickers est réalisée sur la section transversale de l'échantillon polie et chimiquement attaquée. On augmente progressivement les charges normales appliquées jusqu'à l'apparition de la fissure, par exemple : 0,5 N ; 1 N ; 2 N ; 3 N ; 4 N ; 5 N ....20N (Fig. 3.17). Le pénétrateur est une pyramide à base carrée avec un angle au sommet de 136°. La charge critique de fissuration à l'interface associée à la dimension de l'empreinte correspondante permet de calculer la ténacité apparente d'interface. Parmi les modèles existants des plus simples, qui permettent de calculer la ténacité à la rupture  $K_{Ic}$  du revêtement, il y a le modèle suivant :

$$K_{Ic} = 0.0319 \frac{P}{al^{1/2}}$$

Ce modèle est valable pour les fissures de type radiale-médian et de type radiale-Palmqvist. On enregistre la charge critique appliquée  $P$ , on mesure la longueur de la fissure visible sur le bord de l'empreinte d'indentation à cette charge  $l$  et la demi-diagonale de l'empreinte  $a$  (Fig. 3.17).



**Figure 3.17.** Mode opératoire de l'indentation interfaciale (substrat- couche borurée).

## CONCLUSION

Ce travail m'a permis d'abord d'apprendre à mettre en application mes connaissances acquises durant mon cursus de formation et à faire de la recherche en appliquant différentes techniques d'investigation. Il est à noter que l'arrêt prématuré de l'année universitaire et la fermeture des laboratoires nous ont obligés à procéder à un changement de programme de travail.

La première partie, purement théorique, nous a permis d'acquérir des connaissances plus approfondies sur le traitement thermo-chimique de boruration en analysant les travaux réalisés. Aussi, elle nous a servi de base pour situer notre sujet, mener à bien notre propre travail et pour argumenter et analyser nos résultats.

Avant d'entamer la partie expérimentale, nous avons jugé indispensable d'étudier un peu plus en détail quelques techniques d'étude de l'adhérence (essai Daimler-Benz Rockwell C, essai d'indentation interfaciale et le scratch test), fiables et faciles à mettre en œuvre. Une étude sérieuse de l'adhérence d'une couche borurée doit passer par la maîtrise d'au moins deux de ces techniques : l'essai Daimler pour étudier le délaminage et l'indentation interfaciale pour la ténacité à la rupture à l'interface substrat-revêtement.

La partie expérimentale a été réalisée à plus de 60 % :

- La préparation des éprouvettes en acier 42CD4 (découpage, recuit).
- Le traitement mécanique.
- Le traitement de boruration.
- Le traitement thermique (trempe et revenu).
- Observation de la couche borurée.
- Essai Daimler-Benz.
- Prise de mesures de dureté en surface.

L'étude microstructurale, les profils de microdureté et l'indentation interfaciale n'ont pas été réalisés. Cependant, l'étude préliminaire des couches borurées nous a permis de tirer quelques conclusions :

- Le traitement de boruration est réussi.
- Le régime de traitement de boruration ( $T = 800^{\circ}\text{C}$  ;  $t = 4$  heures) nous a permis d'obtenir une couche borurée monophasée ( $\text{Fe}_2\text{B}$ ), et c'est le but recherché.

- La couche borurée n'est pas très épaisse, ceci est normal pour un tel régime de traitement.
- La dureté Vickers en surface varie entre 755 et 1154 HV<sub>500</sub> or elle est comprise entre 1300 – 1500 HV pour la phase Fe<sub>2</sub>B, cela est dû probablement à la charge qui est trop grande et à la composition chimique du substrat.

## REFERENCES

- [1] I. Lakhtine, *Métallographie et traitements thermiques des métaux*, Edition MIR, MOSCOU 1978.
- [2] J. Banalis, G. Meader, *Précis de métallurgie-Elaboration, structures, propriétés*, Edition Nathan, 1997
- [3] M. Colombie, *Matériaux industriels, Matériaux métalliques*, Edition DUNOD, Paris, 2000
- [4] T.C. Lei, B.L. Jiang, W. Liu, *Mater. Chem. And Physics*, 26 (5) (1990), p. 445.
- [5] A. K. Sinha, *Boronizing, Heat treatment-ASM International Handbook*, Vol. 4 (1991).
- [6] P.A. Deamley and T. Bell, *Surf. Eng., Engineering the surface with boron based materials*, Vol. (3) (1985), p. 203-217.
- [7] R. Chatterjee-Fischer and O. Schaaber, *Boriding of steel and non-ferrous metals, on Heat Treatment of Metals*, ISBN 0 904357058, The Metals Society, 1976, London, U.K.
- [8] P. Goeuriot and F. Thévenot, *Boruration des aciers et cermets: le Traitement « BORUDIF »*, *Matériaux et Techniques*, Vols. 5-6, (1985), p.217-221.
- [9] B. Bouarour, *Caractérisations des couches borurées formées sur des alliages ferreux et modélisation de la cinétique de la diffusion du bore*, Thèse de Doctorat en Sciences en Génie Mécanique, Faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés, USTHB, Alger 2016.
- [10] R. S. Petrova and N. Suwattananont, *Surface modification of ferrous alloys with boron*, *J. of Electronic Mater.* 34 (5) ( 2005),p. 575-582.
- [11] M. Simsek, A. Calik, A.K. Yakut, S. Karakas, A. Duzgun, A.E. Ekinici, H. Yildiz and N. Ucar, *Boronizing effect on the corrosion behaviour of chilled cast iron and AISI 1050 steel*, *High temperature Materials and Processes* , Vol. 29 (4) (2010), p. 241-246.
- [12] O. Allaoui, N. Bouaouadja and G. Saindarnan, *Characterization of boronized layers on a XC38 steel* , *Surf. Coat. and Technol.* , Vol.201 (2006),p. 3475-3482.
- [13] W. Fichtl, N. Trausner and A. Graf Von Matuschka, *Boronizing with Ekabor*, Documentation E.S.K, 1988.
- [14] H. Kunst and O. Schaaber, *Beobachtungen beim Oberflächenborieren von Stahl III-Borierverfahren*, *Harterei-Technische Mitteilungen*, Vol. 22 (1967), p. 275-292.
- [15] H G.V. Samsonov, A.P. Epik, *Boride coating, Coatings of hight-temperature materials*, Plenum press, New York (1966), p. 7.
- [16] H. Okamoto, *J. Phase Equilibria* 25 (2004), p.297.

- [17] O. Kubshewski, Fe-B, Iron-Boron, pp. 15-18 of volume Iron-Binary Phase Diagrams, Springer-Verlag, 1992.
- [18] H. Kunst and O. Schaaber, Observations on surface boronization of steel, *Harterei-Technische Mitteilungen*, Vol. 22 (1967), p. 275-292.
- [19] A.S. Pomel Nikova, M.N. Shipko, M.A. Stepovich, *Journal of surface, Investigation X-ray, synchrotron and Neutron techniques* 5(2) (2011), p. 298.
- [20] I. Compos, M. Islas, E. Gozalez, P. Ponce, G. Ramirez, *Surf. Coat. And Technol*, 201 (2006), p. 2717.
- [21] I. Compos, O. Bautista, G. Ramirez, M. Islas, J. de la Parra, L. Zuniga, *Appl. Surf. Sci.* 243, (2005), p. 429.
- [22] S.M. Walley, *Mater. Sci. & Techn.* 28, 1028 (2012).
- [23] D. Tabor, *The Hardness of Metals*. Oxford University Press, London, 1951.
- [24] E. Barthel, D. Chicot, J.P. Guin, E. Le Bourhis, G. Mauvoisin, *L'indentation : un outil de caractérisation multi-échelle des matériaux*, Commission thématique Indentation, SF2M, 2014.
- [25] E. Le Bourhis, *Glass Mechanics and Technology*, 2<sup>nd</sup> Edition, Wiley VCH, 2014.
- [26] R. BOUDEBANE, *Etude microstructurale et tribologique après traitement de boruration d'un acier à outil de travail à chaud*, Dpt. Métallurgie, Faculté des Sciences de l'Ingénierat, Annaba, (2017).
- [27] G. Ben Ghorbal, *Caractérisation mécanique et adhérence du revêtement PVD en carbure de Tungstène*, Département de génie Mécanique, Ecole supérieure des sciences et techniques, Tunis, 2012.