



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE D'IBN KHALDOUN TIARET FACULTE DES SCIENCES DE LA MATIERE
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

THÈSE

Pour l'obtention du Diplôme de Doctorat Es-sciences en Physique

OPTION : SCIENCES DES MATERIAUX

Thème :

***Modélisation et simulation de la cinétique de croissance des
couches borurées FeB/Fe₂B***

Présenté par :

Mr. BELGUENDOZ Omar

Soutenu le : 18-11-2025

Devant le jury :

BELARBI Habib	Professeur	Université de Tiaret	Président
MEBAREK Bendaoud	Professeur	Université de Tiaret	Encadreur
KADDARI Ahmed	Professeur	Université de Tiaret	Examineur
MOKHTARI Mohamed	Professeur	Université de Tissemsilt	Examineur
DAHMANE Fethallah	Professeur	Université de Tissemsilt	Examineur
ADJADJ AzeEddine	MCA	Université d'Ain Timouchent	Examineur

Année Universitaire 2025-2026

Remerciements

*Après avoir terminé cette thèse, mes remerciements vont, en premier lieu à **ALLAH** le tout puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'il m'a donnée durant toutes ces longues années.*

*Je tiens à exprimer ma profonde gratitude au Professeur **MEBAREK Bendaoud** pour avoir accepté d'être le rapporteur de ma thèse. Ses précieux conseils, ses critiques constructives et son expertise scientifique m'ont été d'un soutien inestimable tout au long de ces années de recherche. Sa disponibilité, sa patience et sa bienveillance ont grandement contribué à l'aboutissement de ce travail. Je lui suis particulièrement reconnaissant pour le temps qu'il a consacré à l'examen de mes travaux et pour les nombreuses discussions enrichissantes que nous avons eues. Grâce à ses connaissances approfondies, j'ai pu acquérir une solide formation et orienter mes recherches de manière pertinente.*

*Je souhaite exprimer ma profonde reconnaissance à **Monsieur le Professeur Habib BELARBI**, président du jury et directeur du laboratoire **Synthèse et Catalyse (LSCT)**, pour m'avoir fait l'honneur de présider ce jury, pour m'avoir accueilli au sein de son équipe de recherche, ainsi que pour sa disponibilité constante et le soutien précieux qu'il m'a apporté tout au long de ce travail.*

*Mes plus vifs remerciements s'adressent aussi à monsieur le professeur Prof. **KEDDAM Mourad** de L'USTHB pour sa fructueuse collaboration.*

Je souhaite remercier tous les enseignants qui ont marqué mon parcours académique, en particulier pour leur soutien et leurs remarques pertinentes.

J'exprime mes remerciements aux autres membres de jury d'avoir accepté de juger le travail de cette thèse et enrichi le débat scientifique :

*Monsieur **KADDARI Ahmed**, Professeur à l'Université de Tiaret*

*Monsieur **MOKHTARI Mohamed**, Professeur à l'Université de Tissemsilt*

*Monsieur **DAHMANE Fethallah**, Professeur à l'Université de Tissemsilt.*

*Monsieur **ADJADJ AzeEddine**, MCA à l'Université d'Ain Timouchent.*

Dédicace

« Les racines de l'amour familial poussent profondément et fort » Je dédie ce travail de thèse

A Ma très chère mère

A la mémoire de mon père et de ma sœur, Allah yarahmakom

*Jamais je ne saurais m'exprimer quant aux sacrifices et dévouement que vous avez consacrés
à mon éducation et mes études.*

Qui m'ont aidée, encouragée et soutenue avec amour même dans les moments difficiles.

À mon épouse bien-aimée et à mes enfants adores

A mes chers Frères et Sœurs

A ma belle famille

A Mes Proches Et Collègue

A Tous ceux qui me sont chers,

Qu'ils Trouvent

A Travers Ce Travail Mes Sincères Reconnaissances.

Table des matières

Liste des Figures	vi
Liste des Tableaux	viii
Introduction Général	1
CHAPITRE I Les aciers : traitement thermique et thermochimique	4
I.1 Introduction	4
I.2 Composition des aciers	5
I.3 Elaboration des aciers et des fers	5
I.3.1 Fabrication de fer	5
I.3.2 Fabrication de l'acier	6
I.4 Propriétés des aciers	7
I.5 Constitution des aciers au carbone	8
I.6 Classification des aciers	9
I.6.1 Classification selon l'usage	9
I.6.2 Classification des aciers selon leur composition chimique	9
a) Aciers non alliés	10
b) Aciers faiblement alliés	10
c) Aciers fortement alliés	10
I.6.3 Classification selon le diagramme d'équilibre	11
I.7 Traitement thermique	12
I.7.1 Définition	13
I.7.2 Cycle d'un traitement thermique	13
I.7.3 Eléments d'un traitement thermique	14
I.7.4 Principaux types de traitement thermique	15
I.8 Gammes des traitements thermiques de l'acier	15
I.8.1 Trempe	16
I.8.1.1 Différents types de trempe	16
I.8.1.2 Milieux de chauffage et cycles de traitement	17
I.8.1.3 Choix de temps de maintien	18
I.8.1.4 Milieux de trempe	20
I.8.2 Revenu	25
I.8.2.1 Revenu de relaxation ou de détente	25
I.8.2.2 Revenu de structure ou classique	25
I.8.2.3 Revenu de durcissement	26

I.8.2.4 Revenu à basse température	26
I.8.2.5 Revenu à température intermédiaire.....	26
I.8.2.6 Revenu à haute température	26
I.8.3 Recuit	27
I.8.3.1 Cycle thermique d'un recuit comprend.....	27
I.8.3.2 Recuit d'homogénéisation	28
I.8.3.3 Recuit d'adoucissement.....	28
I.8.3.4 Recuit complet	29
I.8.3.5 Recuit régénération	29
I.8.3.6 Recuit de détente	29
I.8.3.7 Recuit recristallisation.....	29
I.8.3.8 Recuit de coalescence.....	30
I.9 Traitements thermochimiques	30
I.9.1 Cémentation	31
I.9.1.1 Définition	31
I.9.1.2 Avantage de cimentation	31
I.9.1.3 Techniques de cémentation.....	32
I.9.2 Nitruration	33
I.9.2.1 Définition	33
I.9.2.2 Avantage de nitruration.....	34
I.9.2.3 Techniques de nitruration	34
I.9.3 Carbonitruration	35
I.9.3.1 Définition :.....	35
I.9.3.2 Avantage de Carbonitruration	36
I.9.3.3 Techniques de carbonitruration.....	36
I.9.4 Boruration	37
I.9.4.1 Définition	37
I.9.4.2 Avantage de boruration	37
I.9.4.3 Techniques de boruration	38
I.10 Conclusion	40
CHAPITRE II	Technique de la boruration
II.1 Introduction	42
II.2. Définition de la boruration :	42
II.3. Mécanisme de la boruration	43
II.3.1. Processus de diffusion du bore.....	43

II.3.2. Facteurs influençant la vitesse et la profondeur de pénétration du bore.....	44
a) Température de traitement :	44
b) Composition chimique du matériau de base :.....	44
c) Durée du traitement :.....	44
d) Concentration du bore :	44
e) Microstructure du matériau :	44
f) Traitement thermique post-boruration :	45
II.3.3. Les phases formées.....	45
II.3.3.1 Les phases de borures :.....	45
II.3.3.2 Détermination de l'épaisseur des couches borurées.....	46
II.3.3.3 Diagramme d'équilibre	47
II.3.3.4 Caractérisation des borures FeB et Fe ₂ B.....	52
II.3.4 Propriétés des couches borurées	52
II.3.4.1 Propriétés mécaniques	52
II.3.4.2 Cinétiques de croissance.....	53
II.3.4.3 Effet des éléments d'alliage :	53
II.3.4.4 Propriétés tribologiques :	53
II.3.4.5 Durabilité et fiabilité :	54
II.3.5 Matériaux adaptés à la boruration	54
II.3.5.1 Les matériaux ferreux	54
II.3.5.2 Les matériaux non ferreux	55
II.3.6 Propriétés des matériaux adaptés au boruration.....	55
II.4 Méthodes de boruration.....	56
II.4.1 Techniques chimiques de boruration	57
II.4.1.1 Boruration en milieu solide.....	57
II.4.1.2 Boruration en milieu liquide	58
II.4.1.3 Boruration en milieu gazeux	60
II.4.1.4 Étapes Générales de la Boruration Chimique	62
II.4.2 Techniques physiques de boruration.....	63
1. Boruration par décharge lumineuse :.....	63
2. Implantation ionique :	63
3. Méthodes à haute énergie :	63
4. Revêtement par bore :	64
II.5 Effet de la boruration sur les propriétés des aciers.....	64
II.5.1 Propriétés mécaniques	64

II.5.2 Propriétés élasto-plastiques	64
II.5.3 Adhérence.....	65
II.5.4 Résistance à l'usure.....	65
II.5.5 Fatigue	66
II.5.6 Résistance à la corrosion	66
II.6 Applications industrielles de la boruration :	67
II.7 Conclusion.....	68
CHAPITRE III	
Les modèles mathématiques de la diffusion	70
III.1 Classification des Modèles de Diffusion	70
III.1.1 Modèles Empiriques	70
III.1.2 Modèles Analytiques	71
III.1.3 Modèles Numériques.....	72
III.1.4 Modèles Hybrides	73
III.1.5 Vue d'Ensemble Comparée des Approches de Modélisation de la Diffusion.....	73
III.2 Importance de la validation expérimentale	74
III.2.1 La validation expérimentale sert plusieurs objectifs	74
III.2.2 Étapes de la Validation Expérimentale des Modèles de Diffusion	74
III.2.2.1 Formulation du Modèle	74
III.2.2.2 Sélection des Conditions Expérimentales	74
III.2.2.3 Préparation des Échantillons et Exécution du Processus	75
III.2.2.4 Comparaison des Données Expérimentales avec les Prédications du Modèle	75
III.2.2.5 Affinement du Modèle.....	75
III.2.2.6 Analyse Statistique.....	75
III.2.2.7 Analyse d'incertitude	76
III.2.2.8 Validations à travers divers scenarios.....	76
III.3 Modele mathematique de la diffusion de bore	76
III.3.1 Lois de Fick	76
III.3.2 Les modeles pour simulation des couches monophasée	78
III.3.2.1 Modele Simple	79
III.3.2.2 Modele Integrale.....	80
III.3.3 Les modeles pour la simulation des couches biphasée	81
III.3.3.1 Model Simple	83
III.3.3.2 Model Integrale.....	84
III.3.3.3 Model de Dypkov	86
III.3.4 Cinétique de la croissance d'une seule couche Fe ₂ B	89

Liste des Figures

Figure I.1 : Schéma de la fabrication du fer et de l'acier	6
Figure I.2: Structure cristalline de Fer α	8
Figure I.3: Structure cristalline de Fer γ	8
Figure I.4: Diagramme fer-carbone	12
Figure I.5: Cycle de traitement thermique	14
Figure I.6 : Cycle thermique lors d'une trempe	18
Figure I.7 : Cycle thermique complet d'une trempe et revenu.	25
Figure I.8 : Cycle thermique d'un recuit comprend	28
Figure II. 1: (a) une représentation schématique des couches formées pendant le processus de boruration . (b) Morphologie des couches de borures de AISI 316 à 1273 K pendant 8 h	45
Figure II. 2: Micrographie optique en coupe transversale du fer Armco après boruration par poudres pendant 5 heures à 980 °C.....	45
Figure II. 3: Morphologie des couches borurées monophasées.	46
Figure II. 4: Le diagramme d'équilibre Fe-B	47
Figure II. 5: La croissance de la couche Fe ₂ B.....	49
Figure II. 6: Réseau cristallin du borure de fer Fe ₂ B	50
Figure II. 7: La structure de Fe ₂ B (projection sur le plan cristallographique (001))	50
Figure II. 8: Réseau cristallin du borure de fer FeB	51
Figure II. 9: La structure de la phase borurée FeB(projection sur le plan (010))	51
Figure II. 10: Influence des principaux éléments d'alliage sur les couches borurées	53
Figure II. 11 : Les classes des matériaux utilisés dans le processus de boruration.	54
Figure II. 12 : Les différentes techniques de boruration.	56
Figure II. 13 : Dispositif utilisé pour la boruration solide des échantillons.	58
La Figure II. 14 présente de manière schématique le dispositif conventionnel employé pour la boruration électrochimique dans des sels fondus.....	59
Figure II. 15 : Dispositif industriel de boruration électrochimique	60
Figure II. 16 : Diagramme du processus de Boruration chimique.	63
Figure II. 17 : la marque caractéristique faite par un test d'usure	65
Figure III. 1 : Différents modèles de diffusion.	70
Figure III. 2 : Représentation schématique du profil de concentration du bore le long de la couche Fe ₂ B	78
Figure III. 3 : Représentation schématique du profil de concentration en bore le long des couches FeB et Fe ₂ B	82

Figure III. 5 : Diagramme schématique illustrant le processus de croissance des couches FeB et Fe ₂ B dans des conditions de contrôle de la réaction (chimique)	88
Figure III. 6 : Diagramme schématique illustrant le processus de croissance des couches FeB et Fe ₂ B dans des conditions de contrôle de diffusion	89
Figure IV. 1 : Profil schématique de la concentration de bore le long des couches FeB et Fe ₂ B.....	94
Figure V. 1 : Variation de la constante du taux de croissance dans chaque phase en fonction de la température de boruration.	105
Figure V. 2 : Évolution du carré de l'épaisseur de la couche FeB en fonction du temps de traitement.	106
Figure V. 3 : Évolution du carré de l'épaisseur de la couche Fe ₂ B en fonction du temps de traitement.	107
Figure V. 4 : Constante du taux de croissance en fonction de la température et de la concentration en bore de surface pour les deux couches FeB et Fe ₂ B.	108
Figure V. 5 : Concentration de bore dans la phase FeB, Fe ₂ B et α Fe pour	109
Figure V. 6 : Gain de masse dans la phase FeB et la phase Fe ₂ B calculé à T = 900°C avec une concentration superficielle de bore de 16,48 wt.%.	110
Figure V. 7 : Variation de la constante du taux de croissance en fonction de la température aux premières et deuxièmes interfaces.	114
Figure V. 8 : Valeurs de a1(a), b1(b), a2(c), b2(d) en fonction du temps pour différentes températures.	117
Figure V. 9 : Variation des constantes du taux de croissance de FeB et Fe ₂ B en fonction de la température, calculée par la méthode intégrale et comparée aux résultats expérimentaux de	118
Figure V. 10 : Évolution de l'épaisseur des couches : (a) la couche de borure FeB et (b) la couche Fe ₂ B en fonction du temps pour trois températures différentes.	119
Figure V. 11 : Le rapport des constantes de vitesse de croissance des couches Fe ₂ B et FeB.....	120
Figure V. 12 : Valeurs du gain de masse estimées dans les couches FeB et Fe ₂ B pour 900°C.	121

Liste des Tableaux

Tableau I. 1 : Durée approchée d'austénitisation dans différents types de fours	19
Tableau I. 2 : La taux de refroidissement selon la nature du bain de trempe	20
Tableau I. 3 3 : Les procédés de traitements thermochimiques.	30
Tableau I. 4 : Aciers de cémentation	33
Tableau II. 1 : Solubilité du bore dans le fer aux différentes températures.....	48
Tableau II. 2 : Propriétés physico-chimiques et mécaniques des borures de fer	52
Tableau II. 3 : Les composes gazeux employés pour la boruration	61
Tableau II. 4 : comparatif des méthodes de boruration	62
Tableau II. 5 : Applications Industrielles de la Boruration	67
Tableau III. 1 : Comparaison entres les Approches de Modélisation de la Diffusion.	73
Tableau V. 1 : Composition chimique de l'acier utilisé (% en masse).....	104
Tableau V. 2 : Composition chimique de l'acier utilisé (% en masse)	111
Tableau V. 3 : Données expérimentales de	112
Tableau V. 4 : Coefficients de diffusion calculés pour différentes températures	113
Tableau V. 5 : Comparaison entre les constantes du taux de croissance prédites et les valeurs expérimentales.	115
Tableau V. 6 : Valeur calculée des constantes $\alpha_1/\beta_1/\alpha_2/\beta_2$	116
Tableau V. 7 : Comparaison entre les épaisseurs des couches expérimentales de (FeB + Fe ₂ B) et les valeurs simulées en utilisant la méthode intégrale.....	119

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduction Général

Dans un contexte d'industrialisation toujours plus poussée, la recherche de matériaux capables de répondre aux exigences croissantes en matière de performance mécanique, de durabilité et de résistance à des environnements extrêmes constitue un enjeu majeur. L'acier, en raison de sa grande disponibilité, de sa polyvalence et de ses excellentes propriétés mécaniques, demeure l'un des matériaux les plus utilisés dans de nombreux secteurs industriels, notamment l'automobile, l'aéronautique, l'outillage et l'énergie. Toutefois, pour répondre aux sollicitations sévères auxquelles il est exposé, notamment en surface, des traitements thermiques et thermochimiques sont souvent nécessaires afin d'en améliorer les propriétés superficielles.

Parmi les traitements thermochimiques disponibles, la boruration se distingue par son efficacité à conférer à l'acier une résistance accrue à l'usure, une dureté élevée, une meilleure tenue à l'oxydation à haute température et une amélioration générale de la durée de vie des pièces. Ce procédé consiste à diffuser des atomes de bore dans la surface du métal, formant ainsi des couches de borures de fer (FeB et Fe_2B), caractérisées par leur dureté exceptionnelle. Toutefois, la réussite de ce traitement repose sur une maîtrise fine des mécanismes de diffusion et des paramètres cinétiques associés, notamment le coefficient de diffusion, l'énergie d'activation, et l'épaisseur des couches borurées.

Malgré les avantages offerts par la boruration, sa mise en œuvre optimale reste complexe. Une estimation imprécise des paramètres de diffusion peut non seulement conduire à une perte de performance du traitement, mais aussi engendrer un gaspillage important de temps, d'énergie et de ressources matérielles, nuisant ainsi à la rentabilité des procédés industriels. D'où l'importance de développer des outils théoriques robustes et fiables capables de prédire l'évolution du traitement en fonction des conditions opératoires.

C'est dans ce cadre que s'inscrit le présent travail de recherche, qui vise à **modéliser la cinétique de croissance des couches borurées** formées lors du traitement de deux aciers largement utilisés en milieu industriel : **AISI D2**, un acier à outils riche en carbone et en éléments d'alliage, et **AISI H13**, un acier à chaud reconnu pour sa ténacité et sa stabilité thermique.

Pour atteindre cet objectif, deux approches mathématiques adaptées ont été développées : un modèle simplifié, fondé sur des hypothèses linéaires classiques de diffusion, et un modèle

avancé, basé sur la méthode intégrale, permettant de tenir compte des comportements non linéaires de la diffusion dans un milieu biphasé. Ces modèles, dérivés des équations fondamentales de la diffusion de Fick, permettent de simuler l'évolution de l'épaisseur des couches FeB et Fe₂B en fonction du temps de traitement, de la température et de la concentration en bore à la surface. En outre, ils facilitent l'estimation des grandeurs cinétiques clés, offrant ainsi un outil de prédiction précieux pour optimiser les conditions de traitement et réduire les essais expérimentaux.

Cette thèse est structurée en cinq chapitres principaux, permettant de couvrir de manière progressive et exhaustive les différents modèles pour la simulation de la cinétique de la boruration des aciers.

Le contenu de chaque chapitre est organisé comme suit :

- Chapitre I introduit les notions fondamentales liées aux aciers, en abordant leur composition, leurs propriétés, ainsi que les traitements thermiques et thermochimiques auxquels ils peuvent être soumis.
- Chapitre II est dédié à la technique de boruration, en détaillant les mécanismes, les méthodes, les facteurs influents, ainsi que les propriétés des couches borurées et leurs applications industrielles.
- Chapitre III présente les modèles mathématiques de diffusion, en mettant l'accent sur les lois de Fick et les différentes approches analytiques (simples, intégrales, et avancées comme le modèle de Dybkov), ainsi que sur leur validation expérimentale.
- Chapitre IV développe la modélisation de la croissance biphasée des couches de borures (FeB et Fe₂B), en appliquant les modèles à des cas pratiques et en confrontant les résultats à la réalité physique du système fer-bore.
- Chapitre V est consacré à la simulation numérique, à l'analyse des résultats et à la discussion des performances des deux modèles étudiés. Les simulations sont confrontées aux données expérimentales pour valider la pertinence des approches proposées.

Enfin, une conclusion générale résume les apports de cette étude.

CHAPITRE I

Les aciers : traitement thermique et thermochimique

CHAPITRE I Les aciers : traitement thermique et thermochimique

I.1 Introduction

Les aciers sont les matériaux métalliques les plus répandus dans l'industrie. Il s'agit d'un alliage à base de fer contenant une faible proportion de carbone (entre 0,008 % et 2,14 % en masse). La quantité de carbone influe significativement sur les propriétés du matériau : en dessous de 0,008 %, l'alliage, plus malléable, est appelé *fer* ; au-delà de 2,14 %, la présence de carbone sous forme graphite fragilise la microstructure, et on parle alors de *fonte*.

Dans l'intervalle, une teneur plus élevée en carbone améliore généralement la résistance mécanique et la dureté de l'acier. D'autres éléments, principalement métalliques (éléments d'addition), peuvent également être incorporés pour modifier ses propriétés, donnant naissance aux *aciers alliés*. De plus, des traitements thermiques (comme la trempe) permettent d'optimiser leurs caractéristiques, produisant des *aciers traités*. [1]

Outre leur polyvalence, les aciers se distinguent par leurs excellentes propriétés mécaniques : module d'élasticité, limite élastique, résistance, dureté et résilience. Aujourd'hui, la production d'acier est un indicateur de la puissance industrielle d'un pays et joue un rôle clé dans des secteurs tels que la construction navale, l'automobile, le bâtiment et travaux Publics, la mécanique ou encore les équipements industriels et domestiques. Le développement des transports maritimes a par ailleurs facilité le commerce international des matières premières nécessaires (minerai de fer, charbon, fioul, ferrailles, etc.).

Les traitements thermiques consistent en un chauffage, un maintien à température et un refroidissement contrôlé, visant à adapter les propriétés d'une pièce métallique à son usage. Sans modifier la composition chimique de l'alliage, ces traitements agissent sur :

- La constitution (état du carbone et forme allotropique du fer).
- La structure (taille des grains et répartition des phases).
- Les propriétés mécaniques.

Leur objectif est d'optimiser les caractéristiques du matériau pour un emploi spécifique, notamment en :

- Augmentant la résistance à la rupture (R_m) et la limite élastique (R_e), pour une meilleure tenue mécanique.
- Améliorant la dureté, afin de renforcer la résistance à l'usure et aux chocs.

Cette combinaison de performances et d'adaptabilité explique pourquoi les aciers restent incontournables dans l'industrie moderne.

I.2 Composition des aciers

Les aciers de construction se distinguent par leur teneur en carbone, généralement comprise entre 0,008 % et 2,14 %, déterminant en grande partie leurs propriétés mécaniques. À cette base s'ajoutent divers éléments d'alliage spécifiques à l'usage visé : le manganèse, le nickel, le chrome, le molybdène, le titane et le tungstène sont incorporés pour améliorer la résistance mécanique ; le cuivre confère une meilleure tenue à la corrosion ; le silicium agit comme désoxydant ; tandis que l'aluminium permet un affinage du grain cristallin. Malgré leur faible proportion, des éléments comme l'azote résiduel, le soufre et le phosphore peuvent altérer les propriétés mécaniques et nuire à la soudabilité.

Les caractéristiques finales de l'acier dépendent donc à la fois de sa composition chimique (mise en nuance) et des traitements thermiques appliqués durant son élaboration. En règle générale, une augmentation de la teneur en carbone ou en éléments d'alliage améliore la résistance mécanique, mais se fait souvent au détriment de la soudabilité. Pour les aciers non alliés et non traités thermiquement, une relation directe peut être observée entre la teneur en carbone et la résistance à la traction : plus le taux de carbone est élevé, plus la limite de rupture mesurée lors d'un essai de traction est importante.[2]

I.3 Elaboration des aciers et des fers

I.3.1 Fabrication de fer

La production du fer repose essentiellement sur l'utilisation du haut-fourneau, où le minerai est réduit pour être transformé en fonte. L'alimentation se fait par le gueulard, avec un mélange composé de minerai de fer, de coke et de castine. Parallèlement, de l'air chaud, parfois enrichi en oxygène, est insufflé à la base du four. La combustion du coke produit du monoxyde de carbone, qui agit comme agent réducteur du minerai. La castine, quant à elle, joue le rôle de fondant en facilitant la séparation des impuretés. À environ 1600 °C, la fonte obtenue devient liquide et s'accumule dans la partie inférieure du haut-fourneau, tandis que les impuretés se combinent avec la castine pour former le laitier. La fonte liquide est ensuite régulièrement soutirée, soit pour être coulée en gueuses destinées à des usages ultérieurs comme la fonderie, soit pour être acheminée à l'état liquide vers l'aciérie.[3]

I.3.2 Fabrication de l'acier

La fonte brute contient une teneur élevée en carbone ainsi que diverses impuretés telles que le soufre et le phosphore. Pour la transformer en un métal plus malléable et apte au forgeage ou à l'usinage, il est nécessaire de l'affiner. Cette étape consiste à réduire la concentration en carbone et à oxyder les éléments indésirables afin de les éliminer. Ce procédé, appelé élaboration de l'acier, peut être réalisé dans trois types de fours : le four à sole, le convertisseur à oxygène ou le four à arc électrique. De nos jours, les fours à sole sont largement remplacés par les convertisseurs à oxygène où l'on insuffle de l'air ou de l'oxygène dans le métal en fusion – ainsi que par les fours à arc, qui utilisent principalement de la ferraille ou des boulettes de fer spongieux comme matière première. [3]

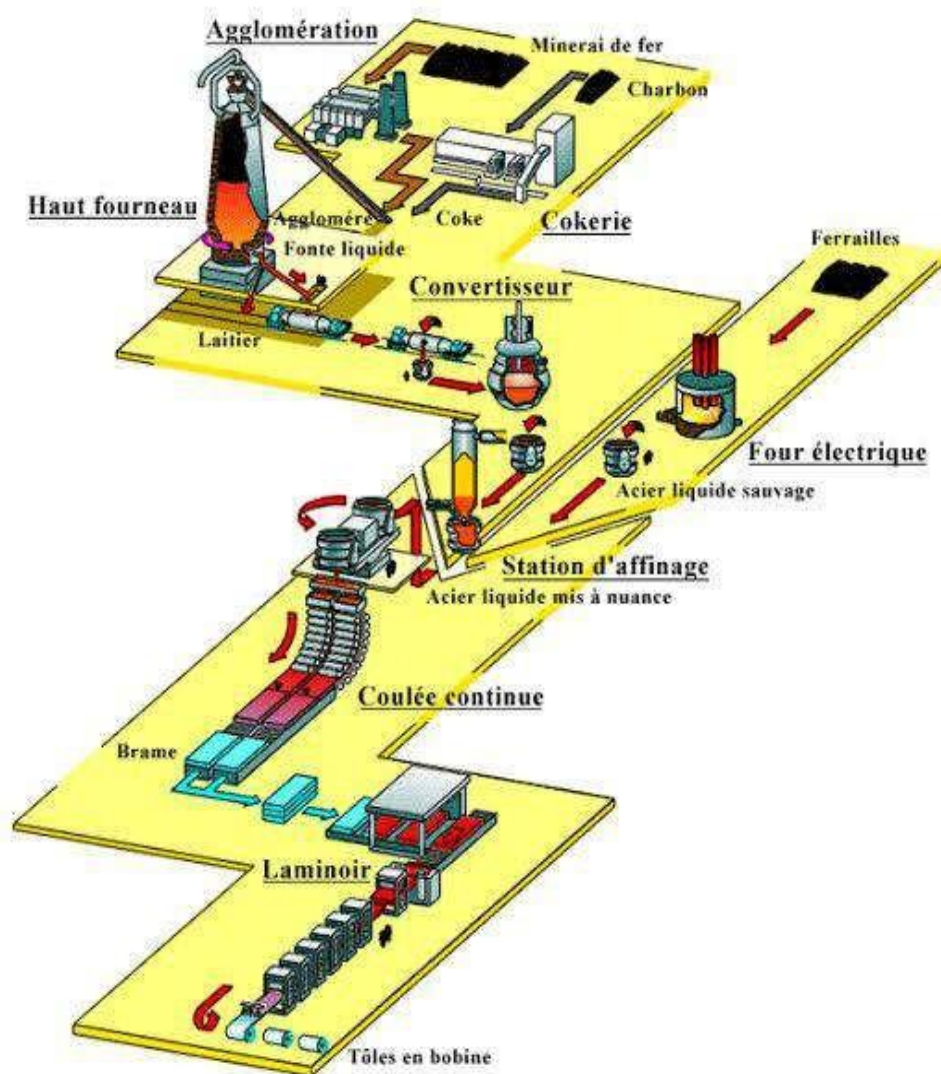


Figure I. 1: Schéma de la fabrication du fer et de l'acier [4].

Les aciers spéciaux sont obtenus par l'ajout d'éléments métalliques à l'alliage de base, dans le but d'en adapter les propriétés à des usages spécifiques. Ainsi, le chrome accroît la résistance à la corrosion, le tungstène renforce la dureté ainsi que la tenue aux hautes températures, tandis que le nickel améliore la résilience, la ductilité et la résistance à l'oxydation. Ces éléments d'alliage peuvent être incorporés soit dès la phase de chargement du haut-fourneau, soit directement dans l'acier en fusion, au niveau du four ou lors de la coulée en poche.

L'acier en fusion est ensuite solidifié, soit par coulée continue pour produire des demi-produits (billettes, blooms ou brames), soit par moulage en lingots. La coulée continue, aujourd'hui majoritaire, présente plusieurs avantages : meilleur rendement, qualité optimisée, économies d'énergie et réduction des coûts d'investissement et de production. Quant aux lingots, ils sont entreposés dans des pits, des fours souterrains équipés de portes – où ils peuvent être réchauffés avant laminage ou autres traitements mécaniques.[4]

I.4 Propriétés des aciers

Les propriétés des aciers peuvent être regroupées en trois grandes catégories, chacune jouant un rôle crucial dans la sélection des matériaux lors de la conception et de la fabrication de pièces mécaniques. Une compréhension précise de ces propriétés est indispensable pour garantir la performance, la sécurité et la durabilité des composants face aux sollicitations auxquelles ils sont exposés.

Parmi les propriétés mécaniques fondamentales, on distingue notamment :

- **La dureté** : capacité d'un acier à résister à la pénétration ou à l'usure provoquée par un autre corps plus dur. Elle est souvent corrélée à la résistance à l'abrasion et à la déformation plastique.
- **La ductilité** : aptitude d'un acier à se déformer plastiquement sous l'effet d'une contrainte, notamment en s'allongeant, sans se rompre. Elle est essentielle pour les pièces devant subir des formages ou des chocs.
- **L'élasticité** : faculté d'un acier à retrouver sa forme initiale après une déformation temporaire sous une contrainte modérée. Elle détermine le comportement du matériau dans la zone réversible de la déformation.
- **La rigidité** : résistance d'un acier à toute déformation sous l'effet de charges appliquées. Elle est directement liée au module d'élasticité du matériau.

- **La résilience** : capacité d'un acier à absorber de l'énergie lors d'un choc sans ne se fissurer ni se briser. Elle est particulièrement importante pour les applications soumises à des sollicitations dynamiques ou à basse température.

I.5 Constitution des aciers au carbone

Les aciers au carbone sont constitués de trois solutions solides fondamentales, qui déterminent en grande partie leurs propriétés mécaniques et leur comportement métallurgique. Ces constituants de base sont la **ferrite**, l'**austénite** et la **cémentite** :

- **Ferrite** : Il s'agit d'une solution solide interstitielle de carbone dans le fer α (structure cubique centrée). La ferrite α , stable à basse température, contient une très faible teneur en carbone (inférieure à 0,02 %), tandis que la ferrite δ , stable à haute température, peut dissoudre jusqu'à 0,1 % de carbone. Très ductile mais peu résistante mécaniquement (dureté HV ≈ 90 , résistance à la traction $R_m \approx 300$ MPa), la ferrite est magnétique jusqu'à 760 °C. Sa microstructure se caractérise par des grains polyédriques homogènes.[5]

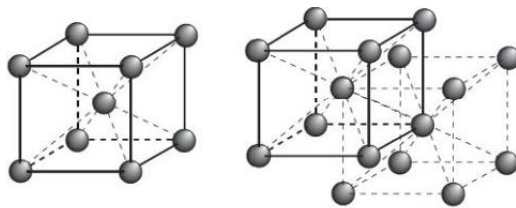


Figure I. 2: Structure cristalline de Fer α .

- **Austénite**: C'est une solution solide de carbone (jusqu'à 2,14 %) et d'autres éléments dans le fer γ , à structure cristalline cubique à faces centrées (CFC). Stable à haute température, elle est malléable et modérément dure (HB ≈ 300). À température ambiante, l'austénite est en général métastable, sauf dans certains aciers inoxydables où elle peut subsister. Elle présente une structure polyédrique et un comportement antiferromagnétique.[5]

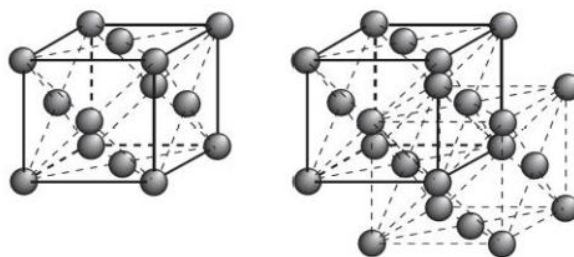


Figure I. 3: Structure cristalline de Fer γ .

- **Cémentite** : Ce carbure de fer possède une structure orthorhombique et une composition

chimique fixe contenant 6,67 % de carbone. Extrêmement dure ($HB \approx 700$) mais fragile, la cémentite est responsable de la forte dureté des aciers. Elle peut exister sous trois formes selon la température : cémentite primaire (au-dessus de 1147°C), secondaire (entre 1147°C et 723°C), et tertiaire (en dessous de 723°C). Morphologiquement, elle apparaît sous forme de lamelles (dans la perlite), de globules ou d'aiguilles (dans les fontes blanches). Elle est ferromagnétique jusqu'à 210°C . [6]

I.6 Classification des aciers

Les aciers constituent des alliages à base de fer, dans lesquels le carbone joue un rôle essentiel. Ils peuvent également contenir d'autres éléments d'addition visant à adapter leurs caractéristiques aux exigences spécifiques des applications industrielles.

I.6.1 Classification selon l'usage

La classification des aciers en fonction de leur emploi repose sur une désignation normalisée. Celle-ci débute par une lettre indiquant le type d'utilisation :

- La lettre « **S** » désigne les aciers destinés à des usages généraux (par exemple, les structures métalliques).
- La lettre « **E** » est utilisée pour les aciers destinés à la construction mécanique.

Le nombre qui suit correspond à la **valeur minimale de la limite élastique**, exprimée en **mégapascals (MPa)**.

Exemples :

- **S235** : acier d'usage général avec une limite élastique de 235 MPa.
- **E320** : acier de construction mécanique avec une limite élastique de 320 MPa.

Lorsqu'il s'agit d'un **acier moulé**, la désignation est précédée de la lettre « **G** » (par exemple : **GS235**).

I.6.2 Classification des aciers selon leur composition chimique

Les aciers peuvent être classés en trois grandes familles selon la nature et la quantité des éléments d'alliage qu'ils contiennent :

a) Aciers non alliés

Ces aciers renferment uniquement du carbone en faible proportion, sans ajout significatif d'autres éléments d'alliage. Ils sont largement utilisés en construction mécanique et disponibles sous forme de produits laminés standards (barres, profilés, poutrelles, etc.).

- **Utilisation** : Généralement destinés à des usages courants, sans exigences particulières.
- **Désignation** : Lettre « C » suivie de la teneur en carbone multipliée par 100.
Exemple : C35 → acier contenant **0,35 % de carbone**.

b) Aciers faiblement alliés

Dans cette catégorie, aucun élément d'alliage ne dépasse **5 % en masse**. Ces aciers sont conçus pour offrir une **résistance mécanique accrue**.

- **Utilisation** : Recherchés pour leur robustesse dans des environnements exigeants.
- **Désignation** :
 - Chiffre représentant $100 \times$ la teneur en carbone,
 - Symboles chimiques des éléments d'alliage (par ordre décroissant de teneur),
 - Teneurs des éléments d'alliage exprimées par un facteur de 4, 10, 100 ou 1000,
 - Éventuellement, des lettres indiquant des propriétés particulières (S : soudabilité, M : moulabilité, DF : déformation à froid).

Exemple

35CrMo4S → acier contenant **0,35 % de carbone**, environ **1 % de chrome**, moins de **1 % de molybdène**, et soudable.

c) Aciers fortement alliés

Ces aciers comportent au moins un **élément d'addition supérieur à 5 %**. Ils sont conçus pour des **applications spécifiques**, notamment en milieux agressifs.

- **Utilisation** : Par exemple, les aciers inoxydables pour les milieux humides contiennent plus de **11 % de chrome**.

- **Désignation :**

- Lettre « X » en début,
- Chiffre représentant $100 \times$ la teneur en carbone,
- Symboles chimiques des éléments d'alliage (par ordre décroissant),
- Teneurs correspondantes en pourcentage.

Exemples :

- X6CrNiMoTi17-12 → acier à **0,06 % de carbone, 17 % de chrome, 12 % de nickel**, avec **molybdène** et **titane**.
- X4CrMoS18 → acier à **0,04 % de carbone, 18 % de chrome**, avec **molybdène** et **soufre**. [7]

I.6.3 Classification selon le diagramme d'équilibre

L'analyse du diagramme d'équilibre fer-carbone (Figure I.4) permet de comprendre l'évolution de la structure cristalline des alliages ferreux sous l'effet des traitements thermiques, en vue d'optimiser leurs propriétés mécaniques.

Selon la température, le fer pur adopte différentes structures cristallines :

- Jusqu'à $912\text{ }^{\circ}\text{C}$, le fer α possède une structure cubique centrée (CC), dite ferrite.
- Entre $912\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $1394\text{ }^{\circ}\text{C}$, il se transforme en fer γ , à structure cubique à faces centrées (CFC), appelé austénite.

Sur la base de la teneur en carbone, deux grandes familles de matériaux ferreux sont définies :

- Les aciers : contiennent entre $0,008\text{ }\%$ et $1,7\text{ }\%$ de carbone.

On distingue :

- Les aciers hypoeutectoïdes ($C < 0,8\text{ }\%$) : constitués principalement de ferrite et de perlite – très utilisés en industrie.
- Les aciers hypereutectoïdes ($0,8\text{ }\% < C < 1,7\text{ }\%$) : composés de perlite et de cémentite.
- Les fontes : présentent une teneur en carbone comprise entre $2,11\text{ }\%$ et $6,67\text{ }\%$.
Ces alliages sont plus riches en carbone, mais généralement plus cassants et fragiles.

Le diagramme est limité à droite par la cémentite (Fe_3C), correspondant à une teneur en carbone

de 6,67 %, représentant la solubilité maximale du carbone dans le système. Dans cette zone, les matériaux sont très durs mais particulièrement fragiles.[8] [9]

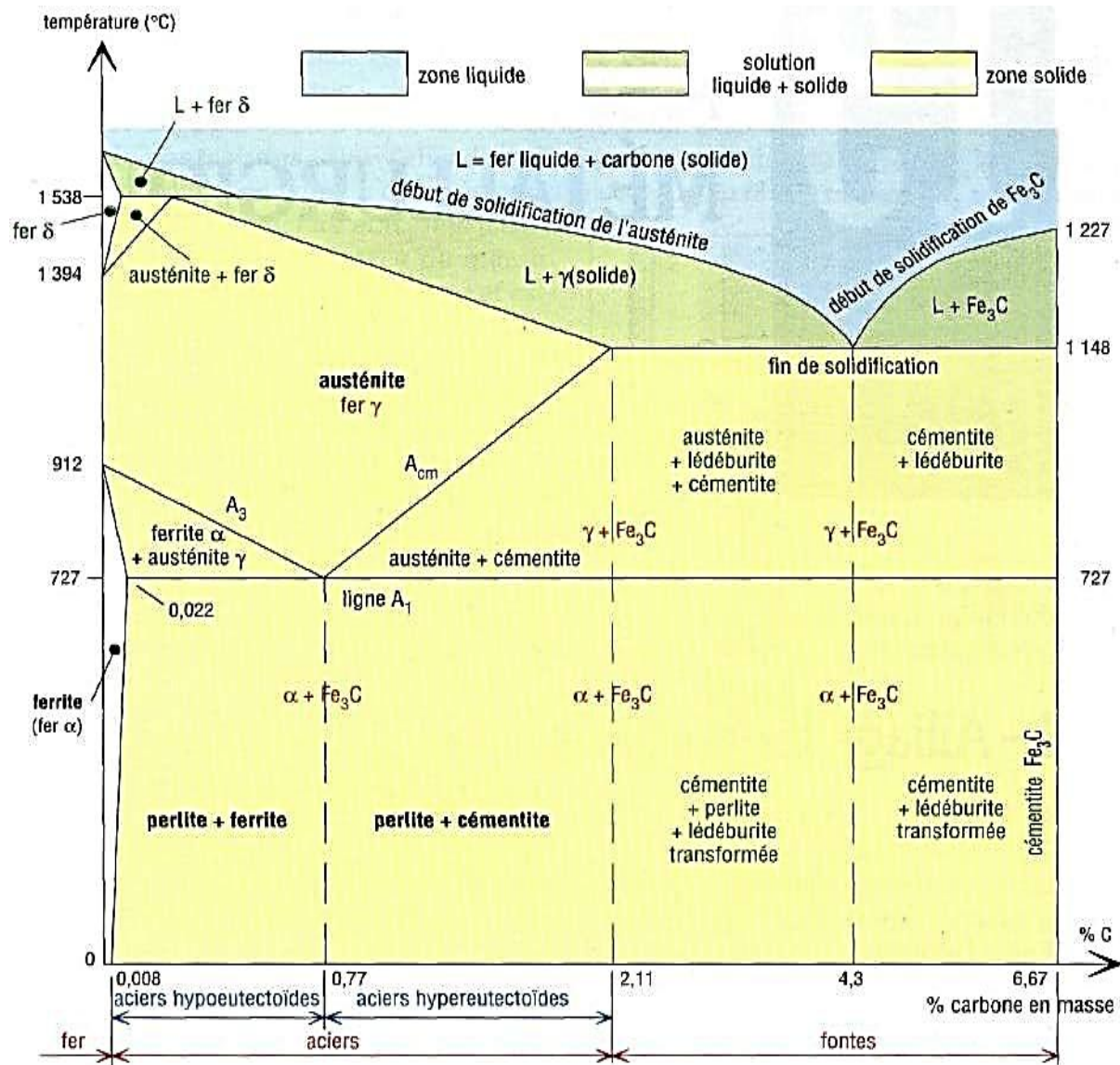


Figure I. 4: Diagramme fer-carbone [9].

I.7 Traitement thermique

Dans les industries mécaniques et manufacturières actuelles, il est nécessaire d'obtenir les propriétés mécaniques et physiques requises des matériaux. Le traitement thermique est un moyen très courant de modifier les propriétés des matériaux, telles que la dureté, la résistance, la ductilité et la résistance à l'usure. Il s'agit d'un processus contrôlé de chauffage, de maintien à une température spécifique et de refroidissement, qui entraîne une transformation structurale du

matériau. Le principe du traitement thermique doit être compris pour optimiser les matériaux en fonction de leurs applications spécifiques.

I.7.1 Définition

Le traitement thermique est une technique largement utilisée pour ajuster les caractéristiques mécaniques des métaux sans altérer leur composition chimique. Cette méthode permet de moduler des propriétés essentielles comme la dureté, la résistance et la ténacité, offrant ainsi la possibilité d'adapter parfaitement le matériau aux contraintes environnementales et aux exigences techniques.

Parmi les différentes techniques de traitement thermique disponibles, la trempe se distingue comme la plus couramment employée.

I.7.2 Cycle d'un traitement thermique

En général, un traitement thermique se déroule en trois étapes principales :

- **Le chauffage** du matériau jusqu'à une température déterminée, qui varie selon le type de traitement recherché (recuit, trempe, revenu, etc.).
- **Le maintien isotherme** à cette température pendant un temps suffisant pour permettre la transformation souhaitée de la structure interne.
- **Le refroidissement** selon un mode bien défini (air, huile, eau, four...), influençant directement la microstructure finale et donc les propriétés mécaniques du matériau.

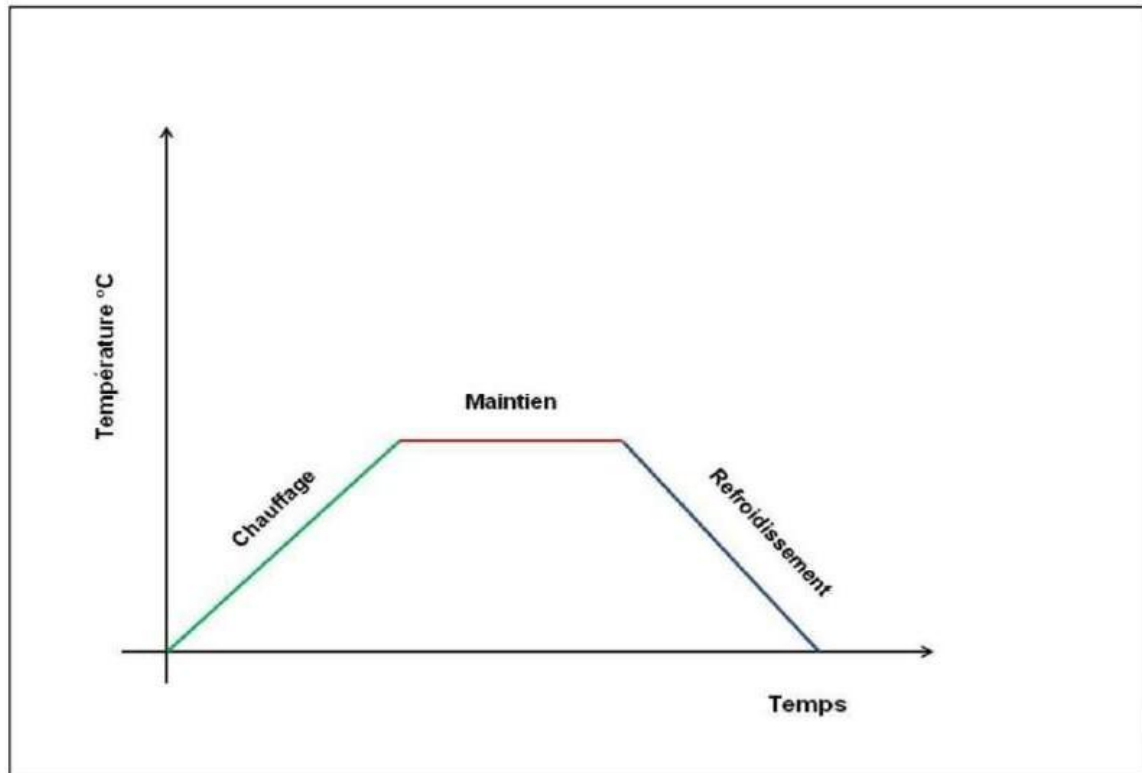


Figure I. 5 : Cycle de traitement thermique [9].

I.7.3 Eléments d'un traitement thermique

Le traitement thermique repose sur la maîtrise de trois paramètres essentiels :

- La température de chauffage,
- La durée du maintien à cette température,
- La nature de l'atmosphère de traitement, qui peut être neutre ou réactive.

Parmi ces étapes, le refroidissement constitue généralement la phase la plus critique, car c'est lui qui détermine les transformations structurales finales du matériau. Pour obtenir les propriétés mécaniques désirées (dureté, résistance, ductilité, etc.), la vitesse de refroidissement doit être soigneusement choisie. Elle dépend du milieu de trempe utilisé tel que l'air, l'eau, l'huile, un bain de sel, ou encore des gaz (sous pression ou non) et doit être adaptée à la taille et à la trempabilité de la pièce à traiter. [9]

I.7.4 Principaux types de traitement thermique

Les traitements thermiques appliqués aux aciers peuvent être classés en trois grandes catégories :

1. **Les traitements d'homogénéisation** : Ils sont généralement appliqués aux produits bruts de coulée avant leur transformation mécanique, ou parfois aux matériaux déjà corroyés. Leur objectif est de réduire les hétérogénéités chimiques et structurales au sein du matériau.
2. **Les traitements d'adoucissement** : Réalisés par recuit ou restauration, ces traitements sont appliqués au cours ou à la fin du processus de transformation. Ils visent à améliorer l'usinabilité, à réduire les contraintes internes, ou à rétablir la ductilité après un travail à froid.
3. **Les traitements de trempe structurale** : Qui comprennent généralement trois étapes :
 - **La mise en solution** : chauffage du matériau pour dissoudre certains constituants dans la matrice,
 - **La trempe** : refroidissement rapide pour figer la structure obtenue à chaud,
 - **La maturation ou le revenu** : traitement thermique ultérieur destiné à stabiliser la microstructure et à améliorer les propriétés mécaniques (dureté, résistance, etc).[10]

I.8 Gammes des traitements thermiques de l'acier

Les principaux procédés de traitement thermique utilisés pour modifier la structure et les propriétés des alliages consistent en une séquence d'opérations : chauffage à une température déterminée, maintien isotherme, puis refroidissement à une vitesse plus ou moins rapide.

Parmi ces procédés, on distingue principalement :

- **La trempe** : utilisée pour durcir le matériau en figeant une structure métastable par refroidissement rapide.
- **Le revenu et le vieillissement** : destinés à améliorer la ténacité ou stabiliser les propriétés mécaniques après une trempe ou un traitement de solution.
- **Le recuit** : visant à adoucir le matériau, éliminer les contraintes internes ou affiner la structure.

Les deux principaux paramètres permettant de différencier ces traitements sont la température de maintien et la vitesse de refroidissement, qui influencent fortement la microstructure finale et les propriétés mécaniques du matériau. [10]

I.8.1 Trempe

La trempe est un procédé thermique consistant à porter un métal (le plus souvent de l'acier) à une température supérieure à sa limite de recristallisation (domaine austénitique), suivie d'un refroidissement rapide afin d'en optimiser les caractéristiques mécaniques.

Le processus comprend deux phases essentielles :

1. Un maintien prolongé à haute température pour obtenir une structure homogène
2. Un refroidissement contrôlé dont la vitesse varie selon :
 - Le milieu utilisé (air, huile, eau salée, etc.)
 - La nature de l'alliage
 - Les propriétés mécaniques ciblées

Cette technique permet d'obtenir un équilibre optimal entre dureté, résistance et tenue mécanique du matériau.

Le refroidissement rapide, étape clé du processus, s'effectue par immersion de la pièce métallique chauffée dans un milieu réfrigérant. Ce dernier peut être :

- **Solide** (plaques métalliques refroidissantes)
- **Liquide** (eau, saumure ou solutions polymères)
- **Gazeux** (air comprimé ou gaz inertes)

Cette phase déterminante, la trempe proprement dite, induit une transformation structurale aboutissant à des phases métallurgiques spécifiques comme la martensite, réputée pour ses exceptionnelles propriétés mécaniques. [11]

I.8.1.1 Différents types de trempe

La trempe est un traitement thermique visant à durcir l'acier par un refroidissement rapide après austénitisation. Selon les conditions de mise en œuvre et les objectifs recherchés, plusieurs types de trempe peuvent être distingués :

a) Trempe martensitique

La trempe martensitique consiste à refroidir rapidement l'acier depuis la zone austénitique jusqu'en dessous de la température de début de formation de la martensite (M_s), généralement $\leq 20^\circ\text{C}$. Ce refroidissement rapide empêche la diffusion des atomes de carbone, forçant leur piégeage dans la maille du fer. Il en résulte une transformation de l'austénite en martensite, une phase dure, à structure cristalline quadratique centrée.

Pour garantir cette transformation, la vitesse de refroidissement doit dépasser une vitesse

critique propre à chaque nuance d'acier. Toutefois, en pratique, cette vitesse n'est pas homogène dans toute la pièce en raison de plusieurs facteurs : conductivité thermique du matériau, géométrie de la pièce, type de fluide de trempe (eau, huile, polymère) et intensité de son agitation. Ces éléments influencent localement la cinétique de transformation. [12]

b) Trempe bainitique

La trempe bainitique est un traitement isotherme visant la formation de bainite, une microstructure intermédiaire entre la perlite et la martensite. L'acier est d'abord austénitisé, puis refroidi rapidement jusqu'à une température intermédiaire, généralement comprise entre 240 °C et 450 °C, où il est maintenu pendant un temps suffisant pour permettre la transformation complète de l'austénite.

Ce traitement évite la formation de ferrite et de perlite, tout en produisant une structure offrant un compromis intéressant : dureté élevée, bonne résilience et ductilité accrue, en particulier dans les aciers à haute teneur en carbone. Par ailleurs, la bainite présente une meilleure tenue au fluage entre 400 et 500 °C que la martensite, ce qui la rend avantageuse pour certaines applications industrielles critiques. [12]

c) Trempe austénitique (ou hypertrempe)

Certains aciers, comme les aciers inoxydables austénitiques, conservent leur structure austénitique après trempe en raison de leur composition chimique stabilisée (teneurs élevées en nickel, manganèse ou azote). Pour ces matériaux, une trempe classique est inefficace. On utilise alors l'hypertrempe, consistant en un chauffage à environ 1100 °C, suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau ou à l'huile selon les cas), dans le but d'empêcher la précipitation des carbures entre 600 °C et 800 °C.

Ce traitement est essentiel pour éviter la corrosion intergranulaire, notamment en maintenant les éléments d'alliage (comme le chrome) en solution solide, plutôt qu'en les laissant former des carbures aux joints de grains.

L'hypertrempe n'altère pas la structure cristalline austénitique, mais elle permet de restaurer les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion, essentielles pour les aciers destinés à des environnements agressifs. [12]

I.8.1.2 Milieux de chauffage et cycles de traitement

Les trois types principaux de trempe (martensitique, bainitique et hypertrempe) peuvent être réalisés dans différents milieux de chauffage, adaptés aux exigences du matériau et de la pièce à traiter. Parmi les plus couramment utilisés, on distingue :

- **Les fours sous atmosphère contrôlée** (azote, argon, hydrogène, etc.), permettant d'éviter l'oxydation et la décarburation en surface.
- **Les fours sous vide**, idéaux pour les pièces à haute valeur ajoutée ou les alliages sensibles à l'oxydation.
- **Les bains de sels fondus**, assurant un chauffage rapide, homogène et limitant les gradients thermiques.

Le choix de la technologie de chauffe dépend principalement de la géométrie, des dimensions, de la masse de la pièce, de sa conductivité thermique, ainsi que des exigences microstructurales visées. Un cycle thermique typique de trempe, tel qu'illustré dans la figure annexée, reflète ces considérations.[12]

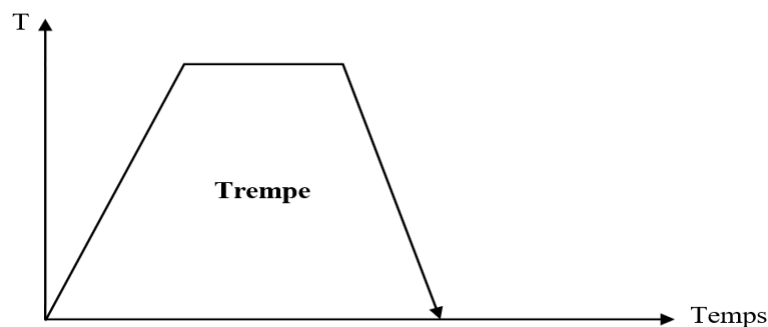


Figure I. 6: Cycle thermique lors d'une trempe [12].

I.8.1.3 Choix de temps de maintien

Le maintien du métal à la température de trempe constitue une étape critique du traitement thermique. Il doit permettre un chauffage homogène à cœur de la pièce et garantir l'achèvement complet des transformations de phase (principalement la formation d'austénite), tout en évitant les effets indésirables tels que :

- Le grossissement des grains, qui altère les propriétés mécaniques.
- La décarburation des couches superficielles, qui affaiblit la résistance en surface.

La durée totale de chauffage t_t résulte de deux composantes principales :

1. Le temps d'échauffement à cœur $t_{éc}$:

Il correspond à la période nécessaire pour que toute la masse de la pièce atteigne uniformément la température de trempe. Ce temps dépend de plusieurs facteurs :

- Forme et dimensions de la pièce (plus elle est massive, plus l'échauffement est long).

- Conductivité thermique et composition chimique de l'alliage.
- Type de four utilisé (convection, rayonnement, bain de sel, etc.).
- Conditions d'empilement ou de charge dans le four.

2. Le temps de maintien isotherme t_{mi} :

Il est requis pour stabiliser la température dans tout le volume de la pièce et accomplir les transformations métallurgiques souhaitées. Ce temps varie selon :

- La composition chimique de l'acier (teneur en carbone, éléments d'alliage...).
- L'état initial du matériau (brut de coulée, forgé, recuit...).
- La température de traitement.

La relation complète s'écrit donc :

$$t_t = t_{éc} + t_{mi}$$

Une bonne maîtrise de ces deux phases garantit une trempe efficace, assurant à la fois la qualité microstructurale et la performance mécanique finale du matériau.

En pratique, la détermination du temps total de chauffage t_t ne repose pas uniquement sur des calculs théoriques. Elle est généralement fondée sur des données expérimentales issues de l'expérience industrielle et des essais métallurgiques.

Afin de faciliter l'estimation de ce temps en fonction de l'épaisseur des pièces, on utilise des valeurs moyennes de durée rapportées à 1 mm d'épaisseur, spécifiques à chaque type de four. Ces données tiennent compte des conditions de transfert thermique propres à chaque technologie de chauffage (par conduction, convection, rayonnement, etc.).

Le tableau I.1 ci-dessous présente les temps moyens nécessaires par millimètre d'épaisseur pour différents types de fours utilisés dans les traitements thermiques des aciers :

Tableau I. 1 : Durée approchée d'austénitisation dans différents types de fours [13].

Moyen de chauffage	Durée en (s/mm) d'épaisseur de pièce		
	Ronde	Carrée	Rectangulaire
Four électrique	40-50	50-60	60-75
Four à flamme	35-40	45-50	55-60

Bain de sel	12-15	15-18	18-22
Bain de plomb	6-8	8-10	10-12

I.8.1.4 Milieux de trempe

La trempe est généralement réalisée dans des milieux tels que l'eau, l'huile ou l'air, chacun se distinguant par sa capacité à extraire rapidement la chaleur de la pièce chauffée. Le choix du fluide de trempe dépend principalement de la trempabilité de l'acier, c'est-à-dire de son aptitude à former des structures dures (comme la martensite) lors d'un refroidissement rapide.

La nature du bain de trempe joue un rôle crucial dans la cinétique de refroidissement :

- **L'eau** provoque un refroidissement très rapide, mais peut induire des contraintes internes importantes, augmentant le risque de fissuration.
- **L'huile** offre une vitesse de refroidissement plus modérée, réduisant les risques de déformation tout en assurant une bonne trempe pour la plupart des aciers alliés.
- **L'air**, quant à lui, est utilisé pour les aciers à haute trempabilité, permettant un refroidissement lent et plus homogène, adapté aux pièces massives ou complexes.

Ainsi, le milieu de trempe n'est pas choisi au hasard, mais en fonction d'un équilibre entre la vitesse de refroidissement requise, la nature de l'acier et la morphologie de la pièce à traiter.

Tableau I. 2 : La vitesse de refroidissement selon la nature du bain de trempe [13].

Nature du bain	Vitesse de refroidissement
Saumure	220 °C/ seconde
Eau froide	160 °C/ seconde
Eau tiède	150 °C/ seconde
Eau chaude	140 °C/ seconde
Huile de trempe	70 °C/ seconde
Air soufflé	20 °C/ seconde
Air calme	2 °C/ seconde
Dans un moule de sable	0,05 °C/ seconde
Dans le four	0,01 °C/ seconde (ou selon la programmation du cycle)

a) L'essai Jominy

L'essai Jominy est une méthode normalisée permettant d'évaluer, en une seule opération, la trempabilité d'un acier, c'est-à-dire sa capacité à durcir en profondeur lors d'un refroidissement rapide. Il fournit une courbe caractéristique appelée courbe Jominy, qui décrit la variation de la dureté en fonction de la distance à l'extrémité trempée.

Déroulement de l'essai :

1. **Austénitisation** : L'éprouvette cylindrique normalisée est chauffée à la température d'austénitisation propre à la nuance d'acier testée, afin d'obtenir une structure austénitique homogène.
2. **Refroidissement unilatéral** : Immédiatement après le chauffage, l'une des extrémités de l'éprouvette est soumise à un jet d'eau vertical normalisé. Ce refroidissement dirigé crée un gradient thermique le long de l'axe de la pièce, simulant des vitesses de trempe différentes à chaque distance.
3. **Mesure de la dureté** : Un méplat est usiné sur la longueur de l'éprouvette pour permettre des mesures de dureté Rockwell ou Vickers sans échauffement local. Ces mesures sont effectuées à des distances précises de l'extrémité trempée : 1,5 - 3 - 5 - 7 - 9 - 11 - 13 - 15 - 20 - 30 - 40 - 50 - 60 - 70 - 80 mm, désignées respectivement par J1,5, J3, J5 ... J80.

Interprétation :

La courbe Jominy obtenue permet de comparer les aciers entre eux et de choisir le traitement thermique adapté à la géométrie de la pièce. Plus la zone de haute dureté s'étend loin du point d'impact du jet d'eau, plus l'acier est trempable en profondeur. [14]

b) Trempe à l'eau

Est une technique de refroidissement rapide utilisée principalement pour les **aciers peu alliés**, tels que les aciers 1045 ou W1, lorsque ces derniers nécessitent une vitesse de trempe élevée pour atteindre les caractéristiques mécaniques souhaitées (dureté, résistance).

En raison de la grande capacité de transfert thermique de l'eau, le taux de refroidissement est très élevé, ce qui permet de former efficacement des structures dures comme la martensite.[14]

c) Trempe à l'huile

La trempe à l'huile est un traitement thermique utilisé principalement pour les aciers faiblement

alliés, tels que les nuances 1045, 4140, 4340, 8620, 9310, 52100, ainsi que pour certains aciers outils, comme l'acier O1.

L'huile présente une capacité de refroidissement inférieure à celle de l'eau, ce qui permet un refroidissement plus lent et plus uniforme. Cela limite les risques de distorsions et de fissurations, tout en assurant la formation d'une structure martensitique suffisante pour les aciers ayant une bonne trempabilité.

Avantages :

- Meilleur contrôle du refroidissement que la trempe à l'eau.
- Moins de contraintes internes.
- Réduction du risque de fissures, notamment sur les pièces à géométrie complexe ou de grande taille.

La trempe à l'huile représente donc un bon compromis entre efficacité de trempe et sécurité métallurgique pour de nombreuses applications industrielles. [14]

d) Trempe à l'air forcé

La trempe à l'air forcé est un procédé de refroidissement utilisé principalement pour les aciers à haute trempabilité, en particulier lorsque les dimensions des pièces à traiter excèdent la capacité des fours sous vide.

Ce traitement est souvent appliqué aux aciers inoxydables martensitiques, tels que 410, 420, 431 ainsi qu'aux aciers à outils, comme le H13.

Le refroidissement s'effectue à l'air, mais de manière accélérée par ventilation forcée, afin d'atteindre une vitesse de trempe suffisante pour obtenir la structure martensitique souhaitée, tout en minimisant les risques de déformation ou de fissuration.

Avantages :

- Convient aux pièces de grandes dimensions.
- Limite les contraintes internes par rapport à la trempe à l'eau ou à l'huile.
- Idéal pour les aciers à forte trempabilité.
- Compatible avec des pièces précises et complexes, notamment en outillage ou en mécanique fine.

Ce procédé est particulièrement apprécié dans l'industrie aéronautique, l'outillage, et la fabrication d'éléments inoxydables sollicités mécaniquement. [14]

e) Trempe sous vide

La trempe sous vide est un traitement thermique de haute technologie, particulièrement adapté aux aciers outils et aux aciers inoxydables martensitiques. Ce procédé est utilisé pour des applications exigeant une excellente propreté de surface, une grande précision dimensionnelle et des propriétés mécaniques optimisées.

Aciers typiquement traités par trempe sous vide :

- Aciers outils : A2, D2, S7, H13, H21, T1, M2
- Aciers inoxydables martensitiques : 410, 420, 440C, etc.

Principe :

- La pièce est chauffée dans un four sous vide poussé, souvent à plusieurs centaines de degrés (jusqu'à 1200 °C).
- Le maintien en température est assuré sans oxygène, évitant toute oxydation ou décarburation.
- Le refroidissement est effectué par gaz inerte sous haute pression (azote ou hélium), ce qui permet un refroidissement rapide et uniforme.

Avantages :

- Absence d'oxydation ou de calamine, ce qui évite un traitement de décapage ultérieur.
- Très bonne stabilité dimensionnelle, réduisant les déformations.
- Répartition homogène de la trempe même pour les formes complexes.
- Idéal pour les pièces de haute précision (moules, outils de coupe, composants mécaniques critiques...).

Inconvénients :

- Coût plus élevé que les trempes conventionnelles.
- Limité par les dimensions de la chambre de traitement.

Ce traitement est largement utilisé dans les secteurs de l'aéronautique, de la mécanique de précision, de la mold-industrie, ainsi que dans la fabrication de composants de haute performance soumis à des sollicitations mécaniques sévères.[14]

f) Trempe subzéro (ou cryogénique)

La trempe subzéro est un traitement thermique complémentaire à la trempe martensitique classique. Elle consiste à refroidir les pièces en dessous de 0 °C, souvent à l'aide de neige carbonique (-78 °C) ou d'azote liquide (-196 °C), dans le but de transformer l'austénite résiduelle restante en martensite.

Objectif principal :

Améliorer la dureté et la stabilité dimensionnelle des pièces trempées lorsque la transformation austénite → martensite n'est pas totalement achevée à température ambiante.

Principe :

- La pièce est d'abord soumise à une trempe martensitique classique.
- Ensuite, elle est refroidie très rapidement à une température inférieure à 0 °C, généralement entre -80 °C et -150 °C pour les aciers.
- Un revenu est ensuite réalisé pour éliminer les contraintes internes et stabiliser la microstructure.

Applications typiques :

- Aciers cémentés, où l'équilibre entre la trempe du cœur et des couches superficielles est difficile à atteindre.
- Aciers à outils, roulements, moules de précision, pièces mécaniques exigeant une grande stabilité dimensionnelle et résistance à l'usure.

Avantages :

- Transformation complète de l'austénite résiduelle.
- Amélioration de la dureté, de la résistance à l'usure et de la durabilité.
- Réduction des déformations à long terme (vieillissement dimensionnel).
- Meilleure tenue en service à température élevée ou en environnements sévères.

Inconvénients :

- Coût plus élevé (équipements spéciaux, consommables comme l'azote liquide).
- Nécessite des précautions pour éviter le choc thermique et les fissures.

Ce traitement est particulièrement recommandé lorsque les exigences mécaniques et dimensionnelles sont très strictes, notamment dans les industries aéronautique, automobile de haute performance, ou mécanique de précision. [14]

I.8.2 Revenu

Le revenu est l'étape finale du traitement thermique visant à atténuer les effets indésirables de la trempe. Il consiste à chauffer l'acier trempé à une température inférieure au point critique A_{c1} , à le maintenir à cette température pendant un certain temps, puis à le refroidir jusqu'à température ambiante. Ce processus permet à la structure du matériau d'évoluer vers un état plus stable, proche de l'équilibre physico-chimique, sans toutefois l'atteindre complètement. Le revenu améliore ainsi le compromis entre les propriétés mécaniques (résistance à la traction, limite d'élasticité, dureté) et la plasticité (allongement, striction, résilience). Bien que la vitesse de refroidissement après le revenu ait peu d'influence sur les contraintes résiduelles, un refroidissement lent tend à les réduire davantage.[15]

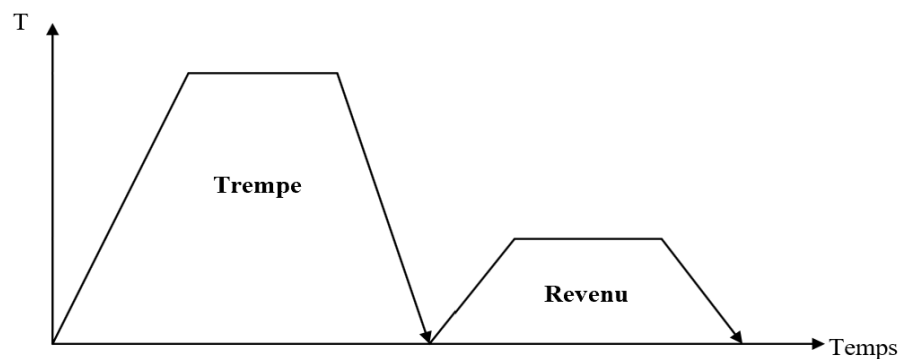


Figure I. 7: Cycle thermique complet d'une trempe et revenu [15].

I.8.2.1 Revenu de relaxation ou de détente

Il s'effectue entre 180°C et 220°C. Il ne provoque aucune modification de structure mais une relaxation des contraintes multiples dues au refroidissement brusque de la trempe et au changement de structure austénite \rightarrow martensite. Il provoque une légère diminution de la dureté et une légère remontée de la résilience. Il est fait sur des pièces soumises à des fortes sollicitations sans choc ou devant conserver une forte dureté superficielle. [15]

I.8.2.2 Revenu de structure ou classique

Dans ce cas, le revenu est réalisé à une température comprise entre 500 °C et A_{c1} , ce qui entraîne une amélioration des caractéristiques de ténacité (K), d'allongement (A) et de striction (Z), accompagnée d'une diminution notable de la dureté (H), de la résistance à la traction (R_m) et de la limite d'élasticité (R_e). Ce type de revenu permet ainsi d'atteindre un équilibre adapté entre résistance et ductilité, en fonction de l'usage prévu de l'acier. [15]

I.8.2.3 Revenu de durcissement

Les revenus effectués entre 450 °C et 600 °C sur des aciers alliés, tels que les aciers à outils au chrome ou les aciers rapides, peuvent entraîner un durcissement secondaire. Ce phénomène résulte d'abord de la précipitation de carbures complexes issus de l'austénite résiduelle, encore partiellement en solution, suivie de la transformation de cette austénite déstabilisée en martensite lors du refroidissement. Ces deux transformations successives peuvent accroître la fragilité du matériau, ce qui rend nécessaire un second revenu afin de stabiliser la structure. Dans certains cas, notamment pour les aciers rapides, un troisième revenu peut même être requis pour garantir une microstructure homogène et des propriétés mécaniques équilibrées. [15]

I.8.2.4 Revenu à basse température

Ce traitement consiste en un chauffage modéré autour de 250 °C visant à soulager les contraintes internes générées par la trempe. Il convertit la martensite initialement formée en une martensite stabilisée par le revenu, ce qui améliore la ténacité et augmente la résistance mécanique, tout en maintenant une dureté élevée (entre 58 et 63 HRC), assurant ainsi une bonne résistance à l'usure. Ce type de revenu est particulièrement adapté aux aciers au carbone et faiblement alliés utilisés pour la fabrication d'outils de coupe et d'instruments de mesure. La durée de traitement se situe généralement entre 1 et 3 heures. [15]

I.8.2.5 Revenu à température intermédiaire

Ce traitement s'effectue généralement entre 350 et 500 °C et est destiné aux pièces soumises à des sollicitations cycliques telles que les ressorts ou certains composants de machines. Il vise à accroître la limite élastique et la résistance à la fatigue. La microstructure obtenue est composée de troostite de revenu ou d'un mélange troostite-martensite, avec des duretés comprises entre 40 et 50 HRC. Lorsque le revenu est réalisé à 400 ou 450 °C, un refroidissement rapide à l'eau est souvent pratiqué, favorisant la formation de contraintes résiduelles de compression en surface, ce qui améliore significativement la tenue en fatigue des ressorts.

I.8.2.6 Revenu à haute température

Ce traitement est réalisé entre 500 et 680 °C et conduit à la formation d'une structure de type sorbite de revenu. Il permet d'obtenir un équilibre optimal entre la résistance mécanique et la ductilité. Lorsqu'une trempe est suivie d'un revenu à haute température, on parle d'amélioration : ce traitement combiné offre, par rapport à un acier simplement normalisé ou recuit, des performances supérieures en termes de limite de rupture, de limite d'élasticité, de striction et

surtout de résilience. L'amélioration est particulièrement utilisée pour les aciers de construction à teneur moyenne en carbone, généralement comprise entre 0,3 % et 0,5 %. [15]

I.8.3 Recuit

Les aciers présentent une grande aptitude à acquérir, par le biais de traitements thermiques variés, un large éventail de propriétés. Parmi ces traitements, le **recuit** vise principalement à ramener l'alliage vers un état d'équilibre physico-chimique et mécanique, en éliminant les déséquilibres structurels provoqués par des traitements antérieurs, qu'ils soient thermiques ou mécaniques. Ce procédé permet d'obtenir des caractéristiques maximales de ductilité (résilience et allongement), tout en réduisant les propriétés de résistance (dureté, limite élastique, charge à la rupture). Les objectifs principaux du recuit sont les suivants :

- Abaisser la dureté d'un acier trempé,
- Obtenir un adoucissement optimal pour faciliter l'usinage ou les déformations mécaniques,
- Restaurer un métal écroui ou ayant subi une surchauffe,
- Homogénéiser des structures internes hétérogènes,
- Et réduire les contraintes résiduelles internes.[16]

I.8.3.1 Cycle thermique d'un recuit comprend

Le cycle thermique d'un recuit comprend généralement trois phases essentielles :

- a. Un chauffage progressif jusqu'à une température spécifique, appelée température de recuit, qui varie en fonction du type de recuit visé (complet, d'homogénéisation, de détente, etc.).
- b. Un maintien isotherme à cette température, ou éventuellement de légères oscillations autour de celle-ci, afin de permettre aux transformations microstructurales de s'opérer de manière homogène.
- c. Un refroidissement très lent, le plus souvent à l'air calme ou dans le four éteint, à une vitesse strictement inférieure à la vitesse critique de recuit, afin d'éviter la formation de phases dures ou de contraintes internes. [16]

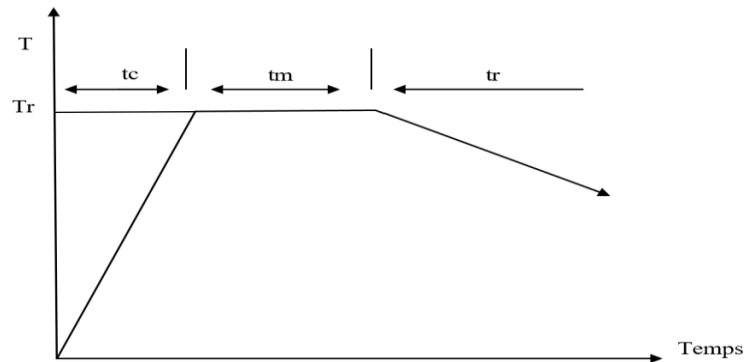


Figure I. 8: Cycle thermique d'un recuit comprend [16].

T_r : température de recuit

t_c : temps de chauffage

t_m : temps de maintien

t_r : temps de refroidissement

I.8.3.2 Recuit d'homogénéisation

Le recuit d'homogénéisation est un traitement thermique appliqué principalement aux produits bruts de coulée constitués d'alliages à large intervalle de solidification, tels que les alliages cuivre-étain ou cuivre-béryllium, afin de faciliter leur transformation ou d'améliorer les propriétés technologiques des demi-produits.

Ce traitement permet de réduire ou d'éliminer la ségrégation dendritique, de dissoudre les phases hors équilibre, de précipiter les éléments présents en solution sursaturée et de répartir de manière homogène les constituants dans la matrice. Dans certains cas, l'homogénéisation peut être accélérée par un recuit oscillant, où la température de maintien varie cycliquement entre deux valeurs encadrant un point de transformation, ce qui favorise la diffusion atomique et améliore l'efficacité du traitement. [16]

I.8.3.3 Recuit d'adoucissement

Le recuit d'adoucissement consiste à chauffer l'acier pendant une longue durée à une température voisine de A_{c1} , généralement entre 650 et 750 °C pour les aciers au carbone, suivi d'un refroidissement très lent, typiquement de l'ordre de 10 °C/h. Lorsqu'on chauffe dans le domaine biphasé $\gamma + Fe_3C$, puis qu'on refroidit lentement à partir d'une température légèrement supérieure à A_{c1} jusqu'au point A_{r1} , les carbures précipitent directement sous forme de grains globulaires, ce qui empêche la formation de perlite lamellaire. Cette transformation structurale vise à obtenir une microstructure plus adaptée à l'usinage et à la trempe, en rendant l'acier plus ductile et moins dur.

Le recuit d'adoucissement est donc particulièrement utile après des opérations telles que le forgeage ou la normalisation, où la structure des aciers à carbone devient majoritairement perlitique. [16]

I.8.3.4 Recuit complet

Le recuit, au sens général, consiste à chauffer l'acier jusqu'à une température légèrement supérieure à A_{c3} (environ $A_{c3} + 50\text{ °C}$), à le maintenir à cette température, puis à effectuer un refroidissement lent dans le four, avec une faible surfusion, afin de permettre une décomposition progressive de l'austénite sans formation de structures à forte dureté comme la martensite ou la bainite.

Ce traitement est généralement appliqué à des pièces ayant subi des traitements thermiques ou mécaniques antérieurs, dans le but de faciliter leur usinage ou leur mise en forme à froid.[10]

I.8.3.5 Recuit régénération

Ce type de recuit est destiné à restaurer une structure normale après un traitement thermique inadéquat, mais il ne s'applique qu'aux métaux et alliages présentant un changement de phase. Il consiste à chauffer les pièces, pendant un temps relativement court, à une température légèrement supérieure au point de transformation afin d'éliminer les effets d'une surchauffe, notamment la fragilité intergranulaire. Toutefois, ce traitement est inadapté aux alliages cuivreux industriels, chez lesquels la régénération du grain surchauffé nécessite un écrouissage suivi d'un recuit de recristallisation. [16]

I.8.3.6 Recuit de détente

Ce recuit, dit de détente, est principalement utilisé pour éliminer ou réduire les contraintes internes engendrées par la mise en forme à froid des matériaux. Réalisé à une température inférieure à celle de la recristallisation, il permet de préserver en grande partie les caractéristiques mécaniques acquises par écrouissage. Ce traitement est également appliqué à des pièces en cours d'usinage afin de les stabiliser, notamment lorsque l'usinage rompt l'équilibre des contraintes internes (par exemple par coupe dissymétrique des fibres), ce qui pourrait entraîner des déformations indésirables. [16]

I.8.3.7 Recuit recristallisation

Le travail à froid d'un métal par déformation plastique (laminage, tréfilage...) conduit à un écrouissage. Une structure écrouie est caractérisée par une forte déformation orientée des grains et une grande densité de défauts cristallins. La structure devient fragile et s'accompagne d'un

accroissement des propriétés de résistance et d'une réduction des propriétés plastiques. Ce recuit s'effectue dans la zone de recristallisation située au-dessus d'une température qui dépend de la nuance de l'acier et de son degré d'écrouissage. Il y a germination de nouveaux grains puis croissance jusqu'à contact mutuel. [16]

I.8.3.8 Recuit de coalescence

Ce recuit consiste, après chauffage à une température légèrement inférieure à Ac_1 , à maintenir l'acier à cette température pendant un temps plus ou moins long, puis à le refroidir lentement, de façon qu'il soit dans un état aussi doux que possible et exempt de contraintes. Il s'agit également d'un recuit permettant de faire évoluer la forme géométrique des carbures, telles que les lamelles de cémentite, vers la forme sphérique stable. Il sert également à améliorer la capacité de déformation à froid du matériau traité. [16]

I.9 Traitements thermochimiques

Il existe plusieurs procédés de traitements thermochimiques, chacun adapté à la nature et à la composition des éléments diffusants destinés à modifier la couche superficielle d'un matériau. Ces traitements consistent à introduire, par diffusion, des éléments chimiques dans la surface d'une pièce afin d'améliorer ses propriétés mécaniques, notamment sa dureté, sa résistance à l'usure et à la corrosion. Les milieux utilisés pour réaliser ces traitements peuvent être solides (comme les ciments), liquides (bains de sels fondus) ou gazeux. Parmi les procédés les plus courants figurent la cémentation, la nitruration, la carbonitruration et la boruration, qui seront décrits en détail dans les sections suivantes.

Tableau I. 3 : Les procédés de traitements thermochimiques.

Éléments diffusants	Traitement correspondant
Carbone	Cémentation
Azote	Nitruration
Carbone + azote	Carbonitruration
Bore	Boruration
Soufre	Sulfuration
Chrome	Chromisation
Aluminium	Aluminisation

I.9.1 Cémentation

I.9.1.1 Définition

La cémentation est un traitement thermochimique destiné à enrichir superficiellement un acier en carbone, notamment lorsque sa teneur initiale en carbone est insuffisante pour permettre une trempe efficace. Ce procédé consiste à chauffer l'acier à l'état austénitique dans un milieu carboné (solide, liquide ou gazeux), favorisant ainsi la diffusion du carbone dans les couches superficielles du matériau. Le carbone, ainsi dissous dans l'austénite, permet de transformer en surface l'acier en un matériau à haute teneur en carbone, apte à être durci par une trempe immédiate ou différée.

La cémentation peut désigner deux approches métallurgiques :

- **Historiquement**, elle correspond à un procédé de fabrication de l'acier consistant à faire pénétrer le carbone jusqu'au cœur du fer, souvent à l'aide de monoxyde de carbone dans des boîtes fermées contenant un agent carburant solide. Ce procédé visait à transformer entièrement le fer en acier.
- **Dans son acception moderne**, la cémentation est utilisée pour durcir la surface des aciers (d'où le terme *acier cémenté*). Il s'agit alors d'un enrichissement superficiel en carbone destiné à renforcer la résistance à l'usure tout en conservant un cœur plus ductile et tenace.

Dans les deux cas, le principe reste identique : la diffusion du carbone dans l'austénite. Toutefois, le procédé historique visait un enrichissement en profondeur (à cœur), tandis que le procédé moderne se limite volontairement à la surface afin de créer un gradient de dureté bénéfique aux performances mécaniques de la pièce.

I.9.1.2 Avantage de cimentation

La cémentation est un procédé thermochimique qui consiste à enrichir la surface d'un matériau, notamment l'acier, en carbone, en maintenant celui-ci à une température élevée (généralement entre 900 et 980 °C, soit au-dessus de sa température de transformation austénitique), dans un milieu carburant adapté. Ce traitement est généralement suivi d'une trempe — immédiate ou différée — par immersion dans un fluide de refroidissement (eau, huile ou bain de sels), selon des paramètres soigneusement choisis pour obtenir une dureté élevée en surface et une tenacité suffisante au cœur de la pièce.

Le but de cémentation

- Obtenir une dureté élevée de la couche cémentée et une bonne ductilité du cœur.
- Éliminer le réseau de carbone dans la couche cémentée qui peut apparaître par suite de la sursaturation en carbone.

I.9.1.3 Techniques de cémentation

La cémentation peut s'effectuer à l'aide de milieux carburants solides, liquides ou gazeux. Le choix du procédé dépend des caractéristiques des pièces, de la profondeur de cémentation souhaitée et des contraintes économiques et environnementales.

a. Cémentation en caisse (milieu solide)

Ce procédé utilise des mélanges carbonés solides capables de produire du monoxyde de carbone (CO), agent carburant actif. Les pièces sont placées dans des conteneurs hermétiques (ou "caisses") pour empêcher l'échappement des gaz. Bien que peu utilisé aujourd'hui, ce procédé reste utile pour le traitement de grandes pièces ou de petites séries spécifiques.

b. Cémentation liquide

Elle repose sur l'utilisation de bains de sels fondus, généralement à base de cyanures ou ferrocyanures. Les pièces à traiter sont immergées dans ce bain à température de cémentation. Ce procédé offre un chauffage homogène et une diffusion régulière du carbone, avec une mise en œuvre relativement simple et peu coûteuse. Toutefois, les sels cyanurés posent des problèmes environnementaux importants en raison de leur toxicité.

c. Cémentation gazeuse

La plus répandue industriellement, la cémentation gazeuse s'effectue dans une atmosphère contrôlée générée par la décomposition thermique de composés organiques (méthanol, éthanol, hydrocarbures). L'efficacité de la cémentation est régie par le potentiel carbone de l'atmosphère, c'est-à-dire la teneur en carbone que peut atteindre une surface de fer pur à l'équilibre avec le gaz ambiant.

- Si le potentiel carbone > activité du carbone dans le métal, il y a carburation.
- Si le potentiel carbone < activité du carbone dans le métal, il y a décarburation.
- À l'équilibre, aucune évolution n'a lieu.

Les réactions de dissociation suivantes permettent la libération de carbone libre :

- $2\text{CO} \rightleftharpoons \text{CO}_2 + \text{C}$
- $\text{CH}_4 \rightleftharpoons 2\text{H}_2 + \text{C}$

Le carbone diffusé pénètre dans l'austénite, modifiant sa structure et ses propriétés.

d. Profondeur conventionnelle de cémentation

Elle correspond à la distance entre la surface et la zone où la dureté mesurée atteint 550 HV (Vickers) sous une charge de 9,807 N. Cette profondeur dépend :

- du profil de concentration en carbone,

- du degré de transformation martensitique dans la couche enrichie,
- et de la quantité d'austénite résiduelle.

e. Aciers pour cémentation

Les aciers destinés à la cémentation sont des aciers à grain fin et à faible teneur en carbone. On distingue généralement six grandes familles d'aciers non alliés ou faiblement alliés, spécifiquement développés pour offrir un bon compromis entre dureté superficielle et ténacité au cœur. Ces aciers sont adaptés à la trempe après cémentation et assurent une excellente tenue à l'usure combinée à une bonne résistance mécanique interne.

Tableau I. 4 : Aciers de cémentation [60].

Types d'aciers	Nuances
Aciers au carbone	C10-C12-C18
Aciers au manganèse-chrome	16MoCr5-20MoCr5
Aciers au chrome-molybdène	18CrMo4
Aciers au nickel-chrome	10NCr6-16NiCr6-20NiCr6- 14NiCr11
Aciers au nickel-chrome-molybdène	20NiCrMo2-18NiCrMo6
Aciers au bore	21Bo3-20MoBo5-19NiCrMoBo2

Il est toujours possible de carburer des aciers dont la teneur en carbone est élevée, il s'agit alors d'une sur carburation, et dans ce cas, le résultat recherché est surtout la résistance à l'usure [47].

I.9.2 Nitruration

I.9.2.1 Définition

Lorsqu'il est chauffé en présence d'acier à des températures comprises entre 520 °C et 580 °C, l'ammoniac se décompose relativement lentement en ammoniac craqué et réagit simultanément avec le fer. Il provoque la formation d'un film superficiel de nitrures de fer, appelé couche de combinaison, à partir duquel les atomes d'azote diffusent en direction du cœur de la pièce. Ce traitement, appelé Nitruration, peut, selon la composition de l'acier, entraîner un accroissement très important de la dureté superficielle

I.9.2.2 Avantage de nitruration

Le procédé de traitement de nitruration est un traitement superficiel qui consiste à plonger des pièces en alliages ferreux spéciaux (aciers au chrome-aluminium) dans un milieu susceptible de céder de l'azote (autrefois appelé nitre) en surface, à une température comprise entre 300 °C et 580 °C où l'azote peut diffuser de la surface vers le cœur de la pièce. Une fois le traitement effectué on peut observer deux couches :

- La couche de combinaison, en surface, d'une épaisseur approximative de 20 μm , elle est composée de nitrures ϵ et γ' .
- La couche de diffusion plus épaisse (100 à 1000 μm), si le métal contient des éléments d'alliage il se forme des précipités de nitrures finement dispersés dans la zone de diffusion. Ces précipitations conduisent à un durcissement important, les niveaux de dureté obtenus sont compris entre 400 et 1300 HV (dureté Vickers) et cette dureté peut être conservée jusqu'à des températures de l'ordre de 500 °C. La couche de diffusion est donc plus dure que la couche de combinaison.

L'augmentation de la dureté en surface apporte des avantages certains : l'usure des pièces va être limitée, mais les pièces vont tout de même garder à cœur leurs caractéristiques mécaniques propres, en ce qui concerne la nitruration, la couche de combinaison a de bonnes propriétés de glissement ce qui peut être appréciable pour les roulements et les engrenages, cette couche pouvant être retirée si nécessaire. On utilise aussi ce procédé pour les tubes de canon de moyen calibre, dans la construction des machines-outils et des vérificateurs. Autres avantages, le durcissement est direct et ne comporte pas de trempe, les déformations sont très faibles et presque toujours faciles à prévoir (quelques microns). Par contre la nitruration présente les inconvénients suivants:

- La durée de l'opération est très longue : 100 heures pour atteindre une pénétration maximum de 1 mm ;
- La couche nitrurée ne peut supporter aucune déformation plastique

I.9.2.3 Techniques de nitruration

a) Nitruration ionique

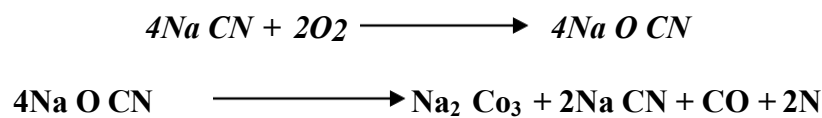
La nitruration s'opère par une différence de potentiel (plasma - décharge électrique luminescente) qui est établie entre deux électrodes qui sont les parois du four (anode) et la surface de la pièce (cathode), c'est-à-dire, l'azote est introduit à partir d'ions d'un plasma obtenu par décharge électrique sous tension de 1100 à 1400 V dans une atmosphère raréfiée contenant un

mélange gazeux ($N_2 + NH_3$) à faible pression, permettant ainsi la dissociation du gaz N_2 en ions et espèces actives. Ces derniers bombardent la surface de la cathode, la portent à la température de saturation. La température usuelle de nitruration est comprise entre 500 et 550°C.

b) La nitruration en bain de sel

Aux températures de nitruration entre 500 - 580 °C, il est possible d'obtenir une réaction de nitruration à partir de la décomposition thermique d'un cyanure alcalin (potassium ou sodium). Différents bains industriellement utilisés, à base de cyanate et de carbonate peuvent être utilisés, la nitruration peut être activée par insufflation d'air, la réaction est alors plus rapide. Il est possible de former des couches de nitrure de combinaison (composé de ϵ) épaisses, mais souvent la couche de diffusion est faible et la température élevée ne permet pas d'obtenir des valeurs de contraintes importantes [11]. Le principal problème pour cette technique est le traitement des déchets et des effluents.

- La décomposition des cyanures se fait de



Après procédé de nitruration liquide, les pièces sont refroidies à l'air ou à l'huile. Elle présente éventuellement l'avantage d'un faible changement de dimensions. En revanche, les inconvénients sont aussi présentés, la toxicité et le prix élevé des cyanures

c) Les matériaux à nitrurer

Les matériaux ayant la potentialité de subir le traitement thermochimique de nitruration, sont en général des aciers alliés dont la tenue en carbone est de 0,3 à 0,6 % + de l'aluminium et du chrome 40Cr Al Mo 6 -12.

I.9.3 Carbonitruration

I.9.3.1 Définition :

Carbonitruration est un traitement thermique de cémentation qui introduit du carbone et de l'azote dans l'austénite de l'acier conduit de 800 °C à 900 °C. Ce traitement est similaire à la carburation en ce que la composition de l'austénite est modifiée et une dureté de surface élevée est produite par trempe pour former de la martensite. La carbonitruration est souvent appliquée à l'acier à faible teneur en carbone peu coûteux et facile à usiner pour conférer les propriétés de surface des nuances d'acier plus chères et difficiles à travailler sans avoir besoin d'une trempe

drastique, ce qui entraîne moins de distorsion et réduit le risque de fissuration du travail. La dureté de surface des pièces carbonitrurées varie de 55 à 62 HRC. La carbonituration (autour de 850 °C / 1550 °F) est réalisée à des températures nettement supérieures à la nitruration ordinaire (autour de 530 °C / 990 °F) mais légèrement inférieures à celles utilisées pour la cémentation (autour de 950 °C / 1700 °F) et pour des temps plus courts. Elle est souvent effectuée sur des pièces de transmission de puissance, telles que des dents d'engrenages, des cames, des arbres, des roulements, qui sont soumises à des conditions de fonctionnement en fatigue structurelle et de surface .[12]

I.9.3.2 Avantage de Carbonituration

Le carbone servant d'élément d'alliage principal pour l'aptitude à la trempe de l'acier est introduit par diffusion dans les aciers de cémentation spéciaux à environ 900 °C par le biais de gaz ou sels dégageant du carbone. Pour pouvoir cémenter des aciers non alliés ainsi que l'acier de décolletage et de construction, de l'azote est nécessaire en plus du carbone. Ce processus est alors appelé carbonituration. La profondeur de pénétration des atomes de carbone et d'azote dans la couche superficielle des pièces peut être contrôlée avec précision. Les profondeurs de cémentation entre 0,3 mm et 1,5 mm sont courantes. Des profondeurs supérieures sont également possibles sur demande. Une trempe ultérieure crée des surfaces extrêmement dures et résistantes à l'usure. On obtient une excellente résistance à l'usure et d'endurance des surfaces [13].

Ce traitement permet d'avoir une :

- Bonne résistance à l'usure et à la corrosion.
- Une bonne tenue en service et une grande dureté superficielle.
- La couche superficielle de l'acier non allié ainsi que de l'acier de décolletage et de construction peut être trempée.
- Bonne protection contre l'usure sur la surface des pièces- noyau dur élastique.
- Le risque de casse des composants est fortement réduit.
- Trempe partielle possible.

I.9.3.3 Techniques de carbonituration

a) Carbonituration gazeuse

Les pièces sont placées dans une atmosphère susceptible de fournir du carbone et de l'azote. Elle est généralement appliquée aux pièces de formes complexes. C'est un traitement qui est, de plus en plus, adopté par les industries de précision telles que les pièces pour

automobiles, avions, métrologie, etc.

b) Carbonitruration en phase liquide

Les pièces sont émergées dans des sels fondus à base de cyanures. Elle emploie des sels à base de chlorures alcalins (Na Cl, K Cl) additionnés d'une quantité de cyanures élevée (Na CN), environ 20%. La trempe est faite directement à l'huile ou aux sels (après rinçage dans des sels neutres).

c) Les matériaux à carbonitruration

Le choix d'un matériau de carbonitruration est, tout comme pour la cémentation, essentiellement déterminé par sa trempabilité permettant d'obtenir la résistance en sous-couche et au cœur. Et dans une moindre mesure la capacité de durcissement de la couche enrichie (voir Tableau I.4) [47].

I.9.4 Boruration

I.9.4.1 Définition

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. Le borure de surface peut être sous forme de couche de borure en phase unique ou double.

La surface d'une pièce est enrichie en bore à des températures de traitements entre environ 800 et 1050 °C (supérieure à AC3, cas des aciers) durant des temps allant de 0,5 à 10h. En conséquence directe se forment des couches homogènes de borures. La dureté élevée, mais également la structure particulière de la couche, produisent une résistance à l'usure extraordinaire homogène et borures possédant d'intéressantes propriétés physico-chimiques, mécaniques et tribologiques [51].

I.9.4.2 Avantage de boruration

La boruration permet d'obtenir une couche de dureté uniforme à partir de la surface, sur toute la profondeur de la couche diffusée. La dureté est beaucoup plus élevée que celle obtenue via n'importe quel autre processus de durcissement de surface. La combinaison d'une dureté élevée et d'un faible coefficient de frottement améliore les propriétés de résistance à la fatigue, à l'abrasion et à l'usure de la surface. Les autres avantages associés à la boruration sont le maintien de la dureté à température élevée, la résistance à la corrosion dans un environnement acide, la

réduction de l'utilisation de lubrifiants et une tendance réduite de soudage à froid.

Les propriétés des couches de borure :

- Alliages ferreux 1600 à 2100 HV
- Alliages à base nickel 2800 HV
- Titane jusqu'à 4000 HV
- Adhérence optimale
- Coefficients de dilatation comparables pour tous les alliages ferreux
- Bonne résistance à la température

I.9.4.3 Techniques de boruration

a) Boruration par voie solide

Le traitement de boruration par voie solide est effectué en utilisant une source de bore évidemment à l'état solide. L'utilisation du bore amorphe permet d'avoir des couches minces et poreuses.

Deux différentes techniques de boruration solide sont mentionnées :

❖ Techniques des pâtes

Les pièces à boursurer sont couvertes de pâte de boruration puis chauffées par induction ou par effet Joule ou enfournées dans des fours conventionnels, dans une atmosphère d'argon. Ils sont surtout utilisés pour la boruration partielle, et les zones à ne pas boursurer, sont protégées par un dépôt électrolytique de cuivre ou d'autres éléments empêchant la diffusion du bore.

Les pâtes de boruration se composent en :

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

❖ Techniques des poudres :

Cette technique consiste à immerger les pièces à traiter dans des caisses contenant un mélange de poudres, et les chauffer par la suite dans des fours à moufles. En raison de sa

simplicité et de la propreté des pièces qu'elle produit, la boruration par utilisation des poudres est la technique la plus utilisée actuellement dans la plupart des industries.

- Les mélanges de poudres des compositions chimiques ci-dessous sont les plus utilisés à l'échelle industrielle [52] :

- 5% B_4C , 90% SiC, 5% $NaBF_4$.
- 85% B_4C , 15% Na_2CO_3 .
- 95% B_4C , 5% Na_2CO_3 .
- 84% B_4C , 16% $Na_2B_4O_7$.

b) Boruration liquide :

Le bore liquide de l'acier inoxydable pour améliorer sa résistance à l'usure a été étudiée au moyen de la mesure de la profondeur borée et de la micro dureté, de l'observation de la microstructure et du test de résistance à l'usure. La boruration en phase liquide a été réalisée dans du borax fondu contenant diverses proportions de SiC. La profondeur de bore et la micro dureté à la surface de la surface augmentaient avec la teneur en SiC, le temps et la température de bore, mais la profondeur de bore augmentait peu en raison de la détérioration rapide de la fluidité du bain en fusion lorsque la quantité de SiC dans le borax en fusion dépassait 40%. La profondeur bore de l'acier inoxydable était environ la moitié de celle de l'acier à faible teneur en carbone qui était bore dans les mêmes conditions, et la profondeur bore de l'acier inoxydable 430 était supérieure de 20 à 30% à celle de l'acier inoxydable 304. La résistance à l'usure de l'éprouvette traitée au bore a été remarquablement augmentée (environ 100 fois) par rapport à celle de l'éprouvette non borée, et la résistance à l'usure a été améliorée lorsque l'échantillon a été trempé et soumis à une température élevée. Les conditions optimales pour obtenir la meilleure résistance à l'usure sont les suivantes :

- 1) La composition du bain était composée de 25 à 35% de SiC / $Na_2B_4O_7$;
- 2) La température de bore était voisine de 9500 °C ;
- 3) Le temps de bore était d'environ 9 heures. [53]

c) Boruration gazeuse :

Le bore gazeux a été réalisée à basse pression (100-10 000 Pa) avec et sans assistance plasmatique en utilisant des organoboranes comme précurseurs et de l'hydrogène et de l'argon comme gaz vecteurs. L'influence de la pression totale, du temps de bore et du débit de précurseur et du débit d'hydrogène sur la formation de la couche de borure sur trois aciers, 42 Cr Mo 4 (AISI 4140), C 45 (AISI C1043) et un acier à faible teneur en carbone a été étudiée. Les couches de

borure ont été caractérisées par spectroscopie d'émission optique à décharge lumineuse, diffractométrie des rayons X, microscopie optique et test pin-on-disc. Avec un choix approprié de paramètres de procédé, des couches de borure de fer monophasées jusqu'à 10 μm de type Fe_2B ont été générées sur l'acier 42 Cr Mo 4 (AISI 4140) en utilisant un complexe borane triéthylamine en tant que précurseur du bore gazeux et du triméthylborate pour le bore assisté par plasma. Il a été déterminé que le carbone était à peine incorporé dans les couches de borure. Les premiers tests d'usure ont abouti à une réduction significative de l'usure des échantillons plasmas par rapport aux échantillons non traités [54].

I.10 Conclusion

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. Le niveau de dureté et le taux de contraintes résiduelles en compression sont les deux paramètres qui en traduisent les effets. 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 et l'azote sont, avec le durcissement par trempe superficielle, les plus utilisés pour le renforcement des pièces mécaniques en alliages fer-carbone (aciers et fontes).

CHAPITRE II

Technique de la boruration

CHAPITRE II

Technique de la boruration

II.1 Introduction

Les alliages métalliques sont largement utilisés dans le secteur industriel en raison de leurs propriétés mécaniques et physico-chimiques. Cependant, ils présentent des insuffisances telles que des problèmes de corrosion, d'usure et de fatigue de contact. Pour remédier à ces défauts, diverses techniques de traitement de surface ont été développées, parmi lesquelles la boruration occupe une place importante.

Ce chapitre explore en détail les mécanismes de la boruration, les matériaux adaptés, les différentes méthodes de boruration, le contrôle des paramètres de traitement, les propriétés améliorées des matériaux borurés, et les diverses applications industrielles de ce procédé. En mettant l'accent sur les avantages pratiques et les applications dans différents secteurs industriels, ce travail vise à fournir une compréhension complète des bénéfices et de l'importance de la boruration dans l'industrie moderne.

II.2. Définition de la boruration :

À l'origine, le terme « boruration » était défini comme un enrichissement de la surface du matériau en bore au moyen d'un traitement thermochimique. Grâce à l'énergie thermique et aux réactions chimiques, les atomes de bore sont adsorbés en surface et introduits dans le réseau du matériau de base, puis diffusés dans la direction du cœur pour former des borures avec les atomes du substrat [14].

Initialement définie comme telle, la boruration inclut désormais certaines méthodes physiques où la diffusion du bore est moindre. La classification générale des techniques de boruration, y compris les méthodes chimiques et physiques, a été rapportée par Kulka et al. [15]. Le processus de boruration a lieu à des températures comprises entre 1123 et 1273 K sur une période de 1 à 10 h [16].

Les principaux objectifs de la boruration résident dans l'amélioration des propriétés des matériaux, notamment en augmentant leur résistance à la corrosion, à l'usure et à la fatigue de

contact. Ce traitement de surface crée une couche de borures extrêmement dure et résistante sur le matériau, ce qui améliore considérablement sa durabilité et sa performance dans des environnements industriels exigeants [17, 18]. En outre, la boruration peut également améliorer la résistance à l'oxydation à haute température, ce qui est crucial pour les applications dans les industries aérospatiale et automobile, où les composants sont souvent soumis à des conditions thermiques sévères [17, 19].

Généralement la boruration permet de prolonger la durée de vie des composants industriels en réduisant les taux d'usure et de défaillance, ce qui se traduit par une diminution des coûts de maintenance et une amélioration de la fiabilité des équipements [18, 20]. En outre, l'augmentation de la résistance à la corrosion permet d'utiliser les matériaux dans des environnements chimiquement agressifs, élargissant ainsi leur champ d'application [20].

II.3. Mécanisme de la boruration

II.3.1. Processus de diffusion du bore

Pendant la boruration, les atomes de bore se diffusent dans la structure cristalline du substrat pour former des couches de borures telles que FeB et Fe₂B. Ces couches augmentent la dureté de surface et améliorent la résistance à l'usure et à la corrosion du matériau [21].

Le processus de boruration est un traitement thermochimique au cours duquel des atomes de bore diffusent dans le réseau cristallin du substrat. Ces atomes de bore se combinent avec ceux du fer pour former des couches borurées. L'épaisseur de la couche obtenue dépend de plusieurs paramètres clés, notamment la température de boruration, la durée du traitement, ainsi que l'activité du bore dans le milieu de diffusion [22]. Dans les premières phases, une sursaturation en bore du substrat se produit, suivie par la nucléation des premiers cristaux de Fe₂B sur des sites spécifiques. Ces cristaux coalescent ensuite, se développant sous forme d'aiguilles. Après une période d'incubation, ces aiguilles finissent par se joindre pour former une couche compacte de borure de fer de type Fe₂B [23].

La morphologie, la croissance et la composition des couches borurées peuvent être influencées par les éléments d'alliage présents dans le substrat. En effet, la présence des éléments d'alliages

tels que le carbone, le chrome, le vanadium, le molybdène, le manganèse et le nickel dans le substrat modifie la morphologie et les propriétés des couches borurées [24, 25]. Ces éléments entrent en compétition avec le bore et peuvent avoir une influence directe sur la cinétique de boruration.

II.3.2. Facteurs influençant la vitesse et la profondeur de pénétration du bore

Plusieurs facteurs influencent la vitesse et la profondeur de pénétration du bore dans les matériaux :

- a) **Température de traitement** : Des températures plus élevées accélèrent la diffusion du bore. Par exemple, des températures comprises entre 1173 K et 1323 K ont montré des résultats efficaces pour la formation de couches de borures avec des profondeurs de pénétration significatives [21].
- b) **Composition chimique du matériau de base** : La présence d'éléments d'alliage comme le nickel et le chrome peut ralentir la diffusion du bore mais augmenter la dureté et la résistance à l'usure des couches de borure formées. Ces éléments favorisent la formation de phases spécifiques telles que FeB et Fe₂B, qui influencent les propriétés mécaniques du matériau [18].
- c) **Durée du traitement** : La durée du traitement affecte directement l'épaisseur des couches de borure. Une durée prolongée permet une diffusion plus profonde du bore, ont observé une augmentation de l'épaisseur des couches de Fe₂B avec une augmentation du temps de traitement, montrant des couches allant de 30 à 182 µm selon les conditions expérimentales [18].
- d) **Concentration du bore** : Une concentration élevée de bore favorise une diffusion plus rapide et plus profonde des atomes de bore dans le substrat. L'utilisation de poudres de bore de haute pureté et de mélanges spécifiques est courante pour optimiser le processus [26].
- e) **Microstructure du matériau** : La microstructure du matériau de base joue également un rôle crucial dans le processus de boruration. Les aciers à grain fin présentent une diffusion plus uniforme du bore, ce qui entraîne des couches de borure plus homogènes. En revanche, les aciers à gros grains peuvent présenter une diffusion plus irrégulière, conduisant à des variations d'épaisseur et de dureté des couches de borure [27].

- f) **Traitement thermique post-boruration** : Après la boruration, des traitements thermiques supplémentaires tels que la trempe et le revenu peuvent être appliqués pour améliorer les propriétés mécaniques des couches de borure. Ces traitements permettent de relâcher les contraintes internes et de stabiliser la microstructure, améliorant ainsi la résistance globale à la fracture et à l'usure [21, 26].

II.3.3. Les phases formées

II.3.3.1 Les phases de borures : Pendant le processus de boruration, deux principales phases de borures peuvent se former : Fe_2B et FeB . Ces phases se distinguent par leurs propriétés mécaniques et leur structure cristalline, qui influencent directement les performances du matériau boruré [21, 28].

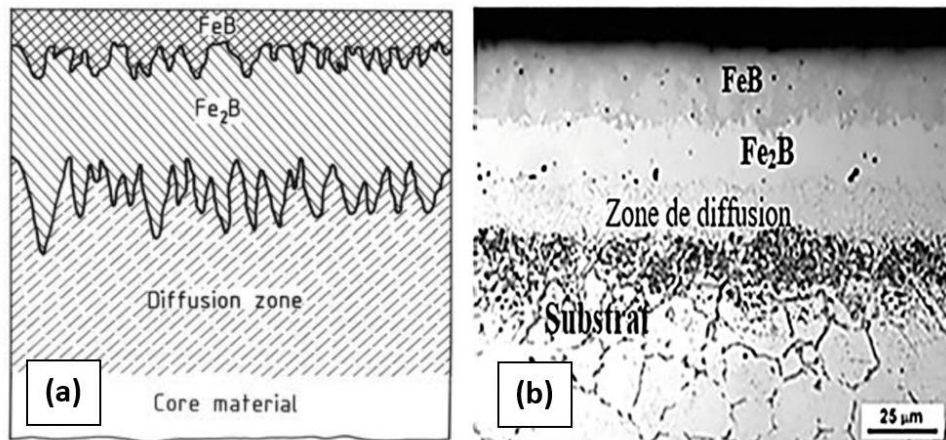


Figure II. 1: (a) une représentation schématique des couches formées pendant le processus de boruration [29]. (b) Morphologie des couches de borures de AISI 316 à 1273 K pendant 8 h [23].

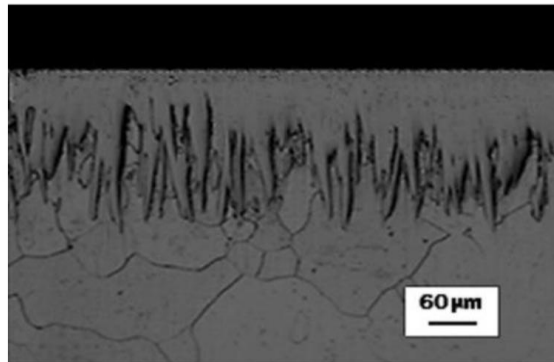


Figure II. 2: Micrographie optique en coupe transversale du fer Armco après boruration par poudres pendant 5 heures à 980 °C.

II.3.3.2 Détermination de l'épaisseur des couches borurées

La détermination de l'épaisseur des couches borurées est complexifiée par leur morphologie caractéristique en dentelures. Les dimensions de ces structures aciculaires dépendent de multiples facteurs, incluant la source de bore, la méthode de traitement employée et la composition chimique du substrat.

La méthodologie consiste en :

a) Mesures microscopiques

- Réalisation de mesures individuelles des longueurs des aiguilles de borures par microscopie optique ou électronique à balayage (MEB).
- Calcul d'une valeur moyenne représentative de l'épaisseur locale.

b) Approche statistique

- Répétition des mesures en 3 à 5 zones distinctes pour garantir la représentativité.
- Calcul final de l'épaisseur moyenne globale à partir des valeurs obtenues.

Cette procédure, illustrée dans la Figure II.3, permet de compenser l'hétérogénéité morphologique inhérente aux couches borurées.

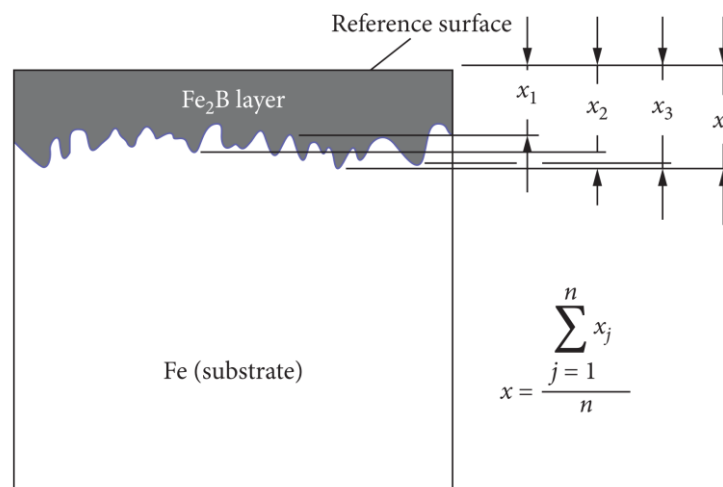


Figure II. 3 : Procédure d'estimation de l'épaisseur des couches de Fe₂B [26]

II.3.3.3 Diagramme d'équilibre

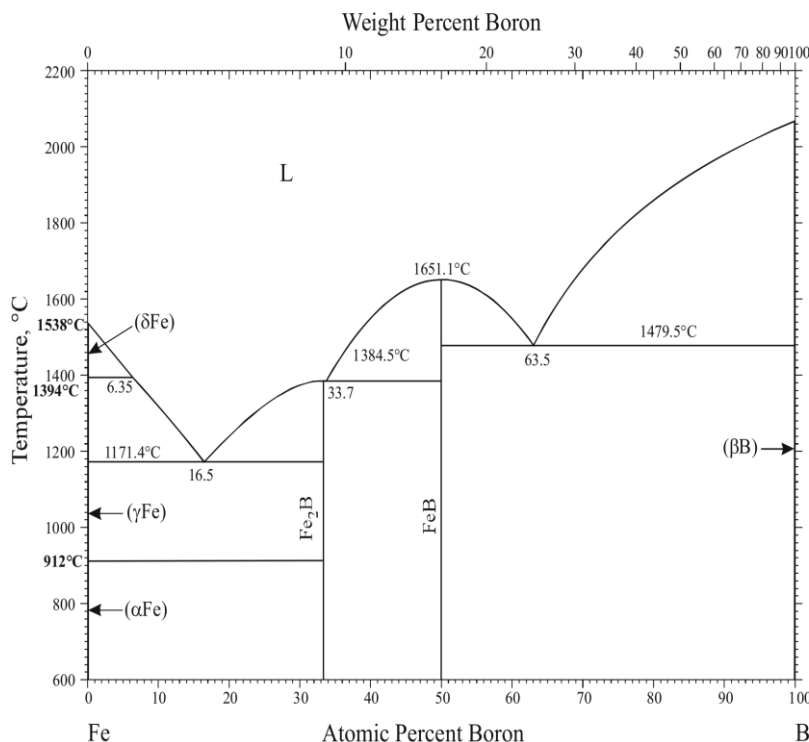


Figure II. 4: Le diagramme d'équilibre Fe-B [30].

Le diagramme d'équilibre Fe-B (Figure II.5) est une référence incontournable pour comprendre la formation des borures de fer dans les alliages ferreux. Deux phases principales y sont identifiées : Fe₂B, avec une concentration en bore d'environ 8,83 %, et FeB, qui en contient près de 16,23 %. Ces borures se forment lors des processus de boruration, où le bore pénètre dans le métal à des températures variant entre 800 et 1050°C. Ces températures favorisent la diffusion du bore à l'intérieur du substrat métallique, générant des couches protectrices très dures [31].

L'analyse du diagramme montre également l'existence d'un point eutectique situé autour de 902°C, marquant la transition où les phases γ (austénite) et Fe₂B se transforment entièrement en phase liquide[32]. Des études basées sur des simulations thermodynamiques ont validé cette température critique, la situant entre 1174°C et 1177°C, ce qui est cohérent avec les résultats obtenus expérimentalement [33] . Ce phénomène est crucial pour les traitements thermiques, car il indique la température à laquelle se produit la fusion complète du mélange solide [23].

La solubilité du bore diffère selon les phases métalliques présentes. Dans la phase γ (austénite), la capacité du bore à se dissoudre est limitée, augmentant progressivement de 25,8 ppm à une température de 920°C jusqu'à atteindre une saturation de 100,5 ppm au point eutectique. À l'inverse, dans la phase δ (ferrite), la solubilité du bore est plus élevée, pouvant dépasser 500 ppm à des températures avoisinant les 1330°C, ce qui affecte la croissance des couches borurées [33].

Tableau II. 1 : Solubilité du bore dans le fer aux différentes températures

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

Les propriétés mécaniques des couches borurées résultent directement de la structure cristalline des borures formées. La phase FeB adopte une structure orthorhombique, tandis que Fe₂B présente une structure tétragonale centrée, deux caractéristiques qui confèrent à ces couches une résistance accrue à l'usure et une grande dureté [34]. En pratique, les couches borurées formées peuvent atteindre des épaisseurs allant de 40 à 250 μm , et elles sont particulièrement efficaces contre la corrosion lorsqu'elles sont exposées à des environnements acides tels que le HCl ou le H₂SO₄ [35, 36].

La formation de ces couches borurées obéit à une loi de croissance parabolique, dans laquelle l'épaisseur des couches augmente proportionnellement à la racine carrée du temps de traitement [22]. La présence d'éléments d'alliage dans le matériau de base, comme le chrome ou le nickel, peut influencer la vitesse de diffusion du bore, ce qui permet d'obtenir des couches plus uniformes et résistantes, avec une interface plus lisse entre la couche borurée et le substrat métallique [37].

La phase Fe₂B se caractérise par une structure monoclinique et une dureté relativement élevée, généralement comprise entre 1600 et 2000 HV (Hardness Vickers). Cette phase est connue pour sa ténacité, ce qui signifie qu'elle est moins fragile que la phase FeB. La couche de Fe₂B formée sur la surface du matériau offre une excellente résistance à l'usure et à la corrosion, ce qui est avantageux pour des applications où ces propriétés sont essentielles. En raison de sa ténacité, Fe₂B

peut supporter des charges mécaniques élevées sans se fissurer, ce qui le rend particulièrement adapté pour des outils de coupe, des composants de pompes et d'autres équipements soumis à des conditions sévères[21, 28] .

La figure II.6 montre la morphologie et la croissance de la couche borurée monophasique Fe_2B dépend de la composition chimique du substrat, du potentiel de bore dans le milieu de réaction, de la température et du temps de la technique de boruration

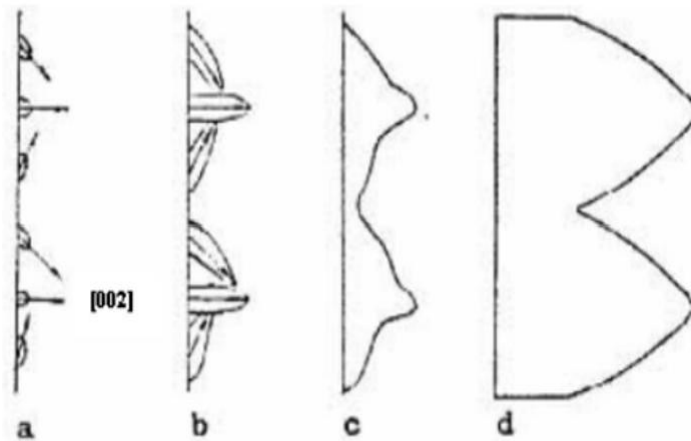


Figure II. 5: La croissance de la couche Fe_2B .

- (a) Germination aléatoire de certains germes du borure Fe_2B .
- (b) Croissance prononcée des germes le long de la direction $[002]$,
- (c) Début de formation des aiguilles du borure Fe_2B ,
- (d) Fin de croissance de ces aiguilles donnant lieu à une couche compacte Fe_2B [2]

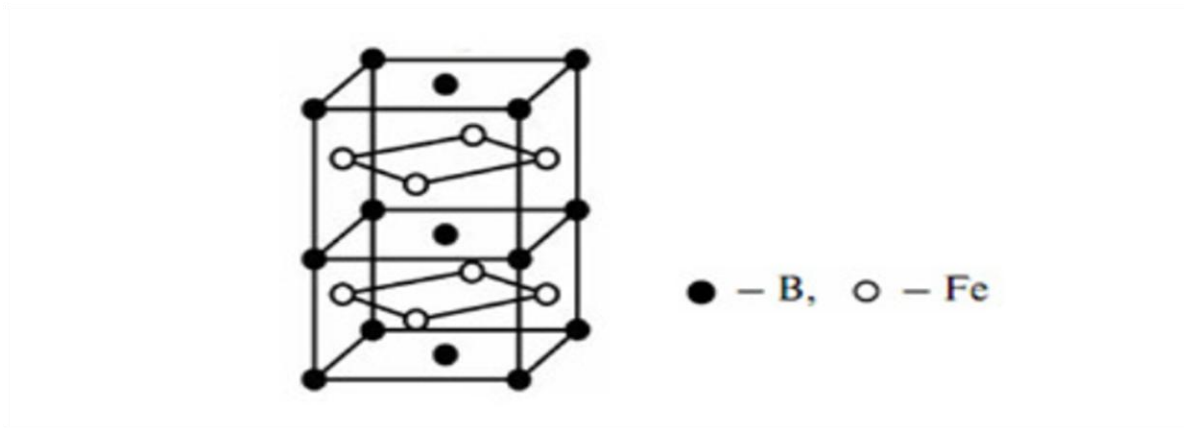


Figure II. 6: Réseau cristallin du borure de fer Fe_2B [38].

La maille élémentaire constitue de douze atomes, les quatre atomes de bore sont arrangés comme le montre la Figure II.8, les paramètres de maille ont les valeurs suivantes :

$$a=b=5,078 \text{ \AA}$$

$$c=4,249 \text{ \AA}$$

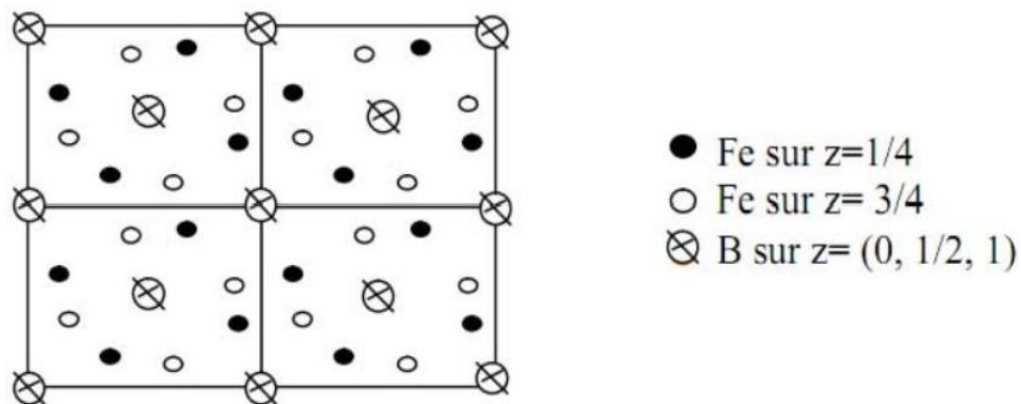


Figure II. 7: La structure de Fe_2B (projection sur le plan cristallographique (001)) [39].

La phase FeB en revanche, possède une structure orthorhombique et une dureté plus élevée, pouvant atteindre jusqu'à 2200 HV. Bien que cette phase soit plus dure que Fe_2B , elle présente une plus grande fragilité. Cette fragilité se manifeste par une tendance à former des fissures sous des charges mécaniques élevées, ce qui peut limiter son utilisation dans certaines applications. Cependant, la dureté exceptionnelle de FeB en fait un excellent choix pour des applications spécifiques où l'abrasion est extrêmement intense et où les charges mécaniques ne sont pas le facteur déterminant. La couche FeB est souvent utilisée pour des surfaces de frottement ou des composants exposés à des environnements très abrasifs [21, 28]

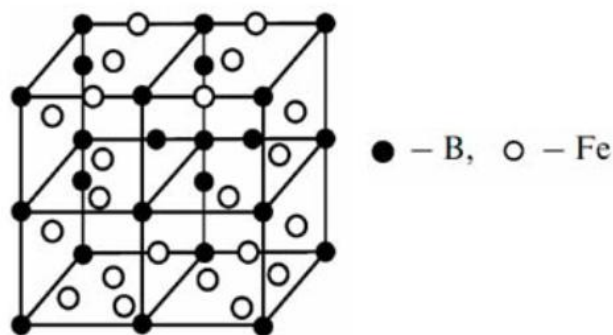


Figure II. 8: Réseau cristallin du borure de fer FeB [38].

Les paramètres du réseau cristallin sont les suivant :

$$a = 4,053 \text{ \AA}$$

$$b = 5,495 \text{ \AA}$$

$$c = 2,946 \text{ \AA}$$

La structure cristalline du borure de fer (FeB) se caractérise par une maille élémentaire composée de quatre atomes de fer (Fe) et quatre atomes de bore (B). Ces atomes occupent les centres de prismes trigonaux et s'organisent en chaînes en zigzag, comme illustré sur la Figure II.9. La distance interatomique B-B est d'environ 1,77 Å.

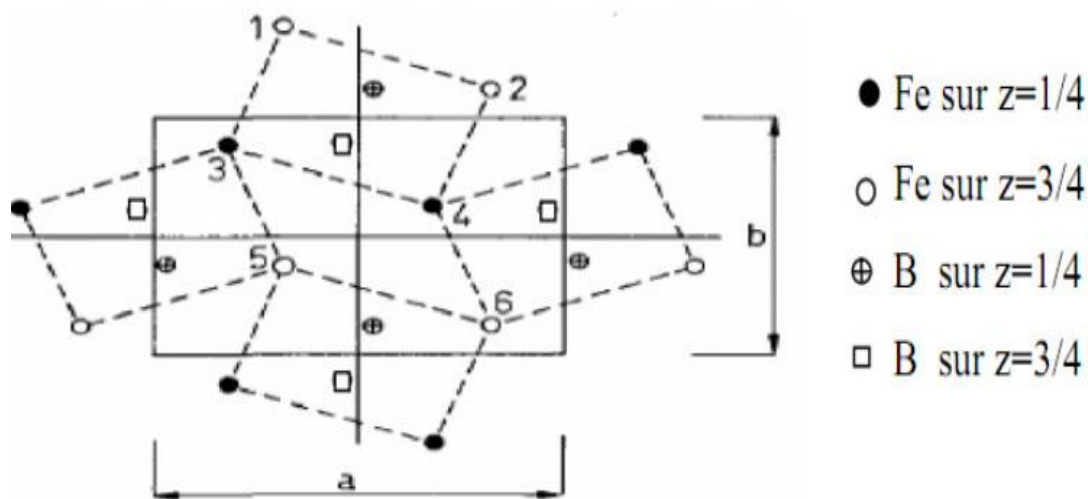


Figure II. 9: La structure de la phase borurée FeB (projection sur le plan (010)) [39].

La formation de ces phases dépend de plusieurs facteurs, notamment la température et la durée du traitement ainsi que la composition chimique du matériau de base. À des températures plus élevées et avec des durées de traitement prolongées, la diffusion du bore est favorisée, ce qui permet la formation de couches plus épaisses de borure. De plus, la présence d'éléments d'alliage dans le substrat peut influencer la proportion de Fe_2B et FeB formée, certains éléments favorisant la formation de l'une des phases par rapport à l'autre.

II.3.3.4 Caractérisation des borures FeB et Fe_2B

Les principales caractérisations physico-chimiques et mécaniques de borure Fe_2B et FeB sont présentées dans le tableau II.2.

Tableau II. 2 : Propriétés physico-chimiques et mécaniques des borures de fer [24, 40, 41]

Propriété	Fe_2B	FeB
Température de fusion (°C)	1390	1550
Température de curie (°C)	724	325
Masse volumique (Kg/m^3)	6750	7430
Conductibilité (W/mC)	20-30	10-20
Résistivité électrique ($\mu\Omega /\text{m}$)	1000	2000
Module d'élasticité (GPa)	590	285
Ténacité K_{IC} ($\text{MPa}^{1/2}$)	3,3	2,7
Dureté (HV)	1800-2000	1900-2100

II.3.4 Propriétés des couches borurées

II.3.4.1 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des couches borurées sont fortement influencées par la microstructure résultante. Les phases de Fe_2B et FeB apportent des avantages en termes de résistance à l'usure et à la corrosion, tout en maintenant une certaine flexibilité pour éviter les fractures sous des charges élevées. Les études montrent que la formation de couches de Fe_2B augmente la résistance à l'abrasion et réduit le coefficient de friction, ce qui est indispensable pour les applications industrielles lourdes [28, 42].

II.3.4.2 Cinétiques de croissance

La formation de ces couches suit une cinétique de croissance parabolique, où l'épaisseur de la couche augmente avec la température et le temps de traitement. Les modèles mathématiques de diffusion montrent que la croissance des couches de borure suit la loi de Fick [26].

II.3.4.3 Effet des éléments d'alliage :

Les éléments d'alliage présents dans le substrat influencent la formation et la stabilité des phases de borure. Il a été démontré que ; La présence de chrome privilégie la formation de Fe_2B plutôt que FeB , ce qui permet d'améliorer la résistance à l'usure tout en conservant la ténacité. Le nickel, de son côté, stabilise les phases de borure et limite la formation de carbures de bore, augmentant ainsi la dureté et la résistance à la corrosion. [26, 42].

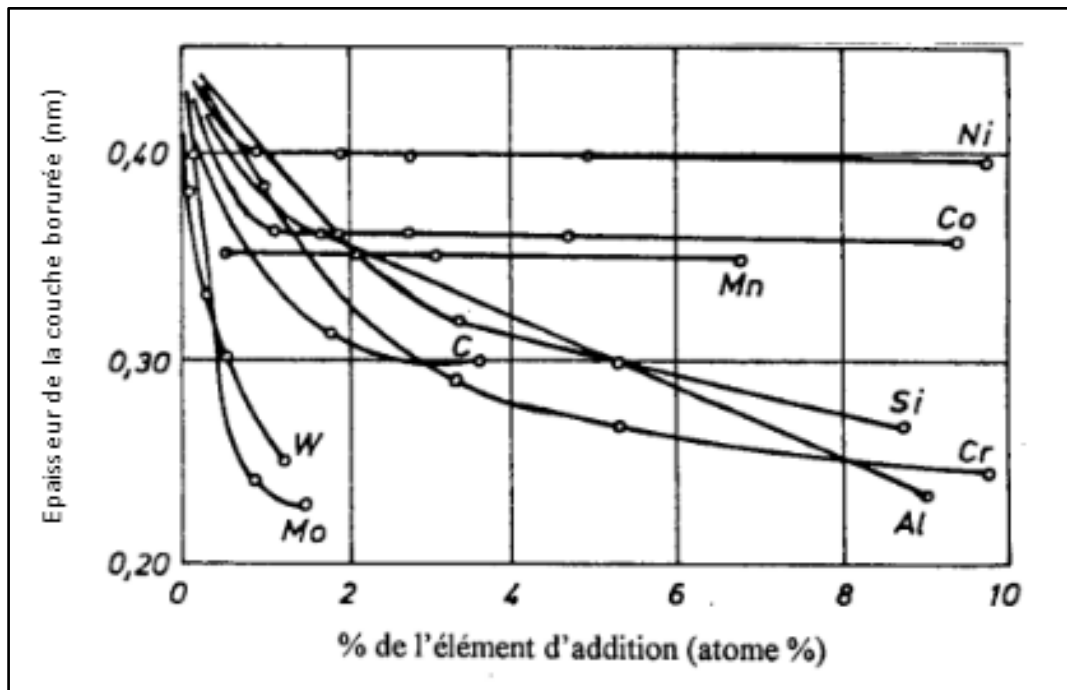


Figure II. 10: Influence des principaux éléments d'alliage sur les couches borurées [43].

II.3.4.4 Propriétés tribologiques :

Les phases de borure telles que Fe_2B et FeB améliorent les propriétés tribologiques des matériaux traités, réduisant le coefficient de friction et augmentant la résistance à l'abrasion. Cela est particulièrement bénéfique dans les applications où les composants sont soumis à des conditions de frottement élevé, comme dans les industries automobile et aérospatiale [28].

II.3.4.5 Durabilité et fiabilité :

Les études montrent que les couches de borure augmentent la durabilité et la fiabilité des composants en acier, réduisant ainsi les besoins en maintenance et les coûts associés. Généralement les composants borurés utilisés dans les environnements corrosifs et abrasifs présentent une durée de vie prolongée, ce qui est indispensable pour les équipements industriels et les outils de coupe [21].

II.3.5 Matériaux adaptés à la boruration

Les matériaux utilisés dans le processus de boruration peuvent être classés en deux catégories principales : les matériaux ferreux et non ferreux, comme illustré dans le diagramme ci-dessous.

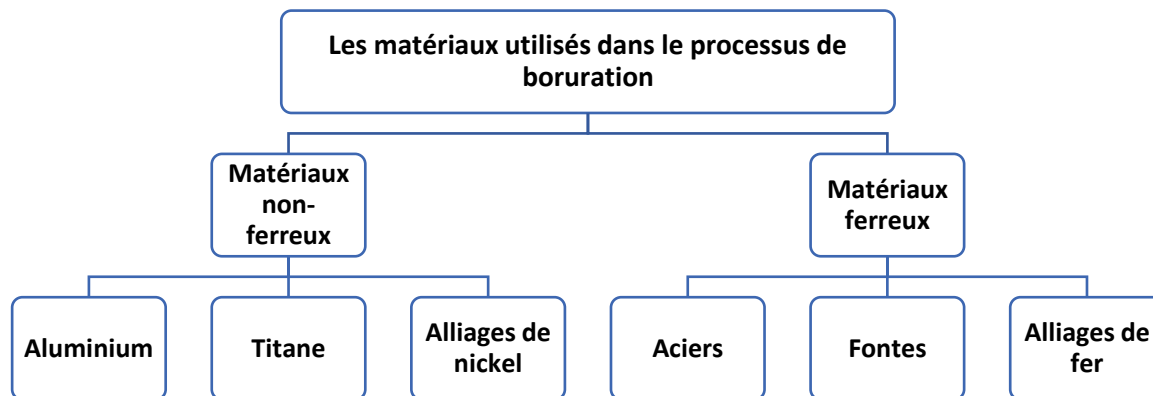


Figure II. 11 : Les classes des matériaux utilisés dans le processus de boruration.

II.3.5.1 Les matériaux ferreux

Ces matériaux incluent principalement les aciers, les fontes et les alliages de fer. Ces matériaux sont souvent choisis pour la boruration en raison de leur teneur élevée en fer, ce qui permet une diffusion efficace du bore dans la surface métallique. Les aciers, par exemple, bénéficient considérablement de ce traitement, car la couche de bore formée augmente leur dureté de surface et leur résistance à l'usure, ce qui les rend idéaux pour les applications nécessitant une haute résistance mécanique, telles que les outils de coupe et les pièces d'usure [44, 45].

II.3.5.2 Les matériaux non ferreux

Ces matériaux comprennent des métaux tels que l'aluminium, le titane et les alliages de nickel. Bien que ces matériaux puissent également être borurés, le processus nécessite souvent des conditions spécifiques et des traitements préalables pour garantir une diffusion adéquate du bore. Par exemple, la boruration de l'aluminium peut améliorer sa résistance à la corrosion et sa durabilité, le rendant plus performant dans des environnements corrosifs. Les alliages de titane, après boruration, montrent une amélioration significative de leur résistance à l'usure, ce qui les rend adaptés pour des applications aérospatiales et médicales où la résistance à l'usure et la biocompatibilité sont nécessaires [10]. De même, les alliages de nickel borurés sont souvent utilisés dans des environnements à haute température grâce à leur stabilité thermique et leur résistance à l'oxydation [46].

II.3.6 Propriétés des matériaux adaptés au boruration

L'aptitude d'un matériau à la boruration dépend largement de ses caractéristiques intrinsèques, notamment le type et la structure du matériau.

- **Type de Matériau :** Les matériaux ferreux, tels que les aciers et les fontes, sont particulièrement bien adaptés à la boruration en raison de leur teneur en fer. Le fer réagit avec le bore pour former des borures de fer (FeB et Fe_2B), qui augmentent considérablement la dureté et la résistance à l'usure de la surface traitée. Les alliages de fer sont souvent les premiers choix pour les traitements de boruration en raison de leur réactivité favorable avec le bore. Les matériaux couramment utilisés pour la boruration incluent les aciers faiblement et hautement alliés, les aciers à outils, les aciers inoxydables, les fontes grises et ductiles, ainsi que le fer commercialement pur [47].
- **Structure Cristalline :** La structure cristalline d'un matériau joue un rôle important dans la diffusion des atomes de bore. Les matériaux ayant une structure cristalline dense et homogène favorisent une diffusion uniforme des atomes de bore, ce qui conduit à la formation de couches borurées régulières et continues. Une structure cristalline hétérogène peut entraîner une diffusion inégale, provoquant des variations dans l'épaisseur et la qualité de la couche borurée [47].

- **Taille des Grains** : La taille des grains dans le matériau influence également la diffusion du bore. Les matériaux à grains fins permettent une diffusion plus rapide et uniforme des atomes de bore, tandis que les matériaux à gros grains peuvent ralentir le processus de diffusion et entraîner des couches borurées moins uniformes [15].
- **Présence de Phases Multiples** : Les matériaux composés de plusieurs phases peuvent présenter des défis supplémentaires. Les inclusions de carbures, de nitrures ou d'autres composés dans la matrice du matériau peuvent interférer avec la diffusion du bore et la formation de borures, nécessitant un contrôle précis des conditions de traitement [48].
- **Composition Chimique** : La présence d'éléments d'alliage tels que le carbone, le chrome, le vanadium, et le molybdène peut influencer la morphologie et les propriétés des couches borurées. Ces éléments peuvent former des composés stables avec le bore, modifiant ainsi la structure cristalline du substrat et affectant la cinétique de diffusion du bore [15].

II.4 Méthodes de boruration

Les techniques de boruration ont été largement étudiées et peuvent être classées en plusieurs catégories en fonction de divers aspects. Une classification complète des processus de boruration a été proposée par Kunst et al [49] .

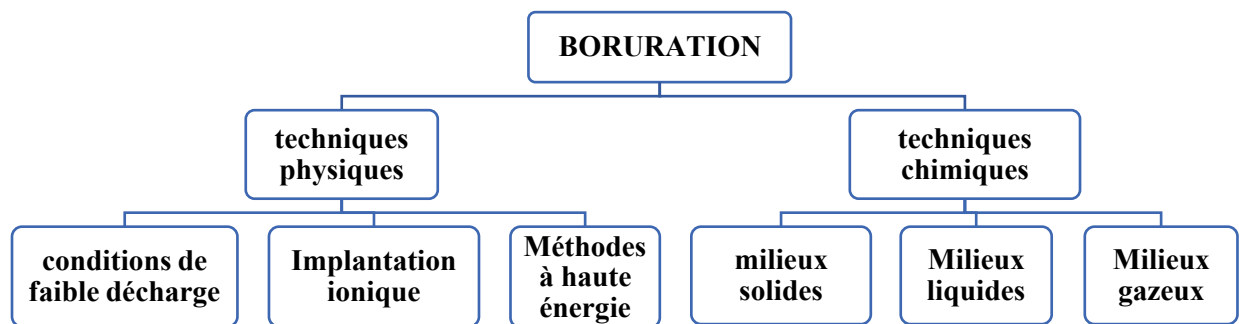


Figure II. 12 : Les différentes techniques de boruration.

Les procédés de boruration sont divisés en deux groupes principaux : les techniques chimiques et les techniques physiques [15, 49]. Cette classification est basée sur le mécanisme de formation des atomes ou ions libres de bore, qui peuvent être adsorbés à la surface des alliages métalliques

et diffuser dans le matériau du substrat. Les techniques chimiques incluent la boruration thermochimique en milieu solide, liquide et gazeux. Les techniques physiques comprennent la boruration dans des conditions de décharge lumineuse, l'implantation ionique et les méthodes à haute énergie, telles que l'alliage de surface avec du bore, la pulvérisation thermique, la pulvérisation par détonation et le revêtement avec du bore.

II.4.1 Techniques chimiques de boruration

Les techniques chimiques de boruration sont divisées en trois groupes : la boruration en milieu solide, en milieu liquide et en milieu gazeux. En raison de la nécessité d'utiliser des températures élevées au cours de ces processus, elles sont généralement reconnues comme des techniques thermochimiques.

II.4.1.1 Boruration en milieu solide

a) Boruration par poudre

La boruration par poudre est une méthode traditionnelle et très répandue dans l'industrie. Elle consiste à immerger les pièces métalliques dans un mélange solide composé principalement de carbure de bore (B_4C), d'un activateur, souvent KBF_4 (tétrafluoroborate de potassium), et d'un diluant tel que SiC (carbure de silicium), Al_2O_3 (alumine) ou MgO (oxyde de magnésium). Le diluant permet de réguler le potentiel du borure et d'assurer une distribution uniforme du bore sur la surface des pièces [29].

Le processus de boruration par poudre se déroule généralement dans un four, où les pièces sont chauffées à une température variant entre 900 et 950°C. La durée du traitement peut aller de quelques heures à plusieurs, selon l'épaisseur souhaitée de la couche de borure. Une fois le processus terminé, les pièces sont souvent refroidies sur place dans le four pour éviter des tensions thermiques [29].

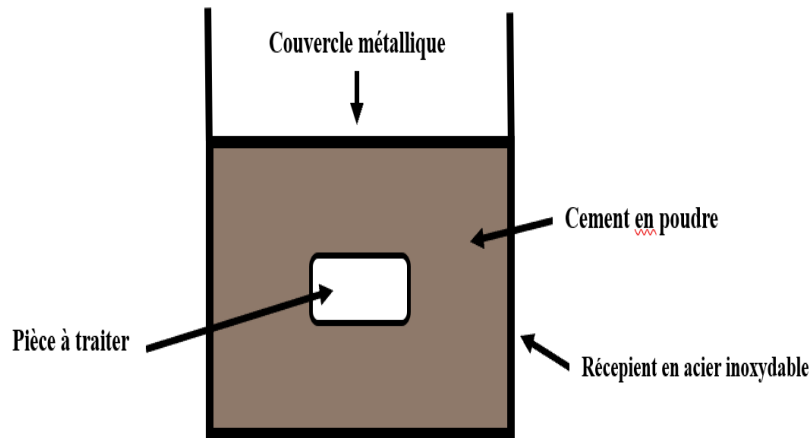


Figure II. 13 : Dispositif utilisé pour la boruration solide des échantillons.

b) Boruration par pâte

La boruration par pâte est une variante plus récente de la méthode de boruration solide. Au lieu d'utiliser des poudres, une pâte aqueuse est appliquée sur les pièces à traiter. Cette pâte contient également du carbure de bore (B_4C), des activateurs comme KBF_4 , ainsi que des diluants similaires à ceux utilisés dans la boruration par poudre. La pâte est appliquée directement sur la surface des pièces, ce qui permet un contrôle plus précis du traitement [50].

Les pièces sont ensuite chauffées dans un four à des températures similaires à celles de la boruration par poudre ($900-950^\circ C$). Une des grandes différences réside dans le fait que cette technique utilise moins de matériau, et qu'il est possible de masquer certaines zones d'une pièce qui ne nécessitent pas de traitement, ce qui est impossible avec les poudres [50].

II.4.1.2 Boruration en milieu liquide

La boruration en milieu liquide est une technique thermochimique qui consiste à immerger les pièces métalliques dans des bains de sels fondus. Ces bains sont généralement composés de borax ($Na_2B_4O_7$), d'acide borique (H_3BO_3), et parfois de ferrosilice. Le processus permet la diffusion du bore à travers la surface de la pièce traitée pour former une couche protectrice de borures de fer, généralement FeB et Fe_2B [29].

Détails du procédé [51, 52]

1. **Composition du bain** : Le bain de sel fondu contient un mélange de borax et d'acide borique, souvent accompagné d'additifs comme la ferrosilice. Le rôle du borax est de dissoudre les composants du bain et de favoriser la diffusion du bore dans la pièce à traiter.
2. **Température** : La boruration en bain liquide se déroule à des températures élevées, typiquement autour de 900 à 1000°C. À ces températures, le bain de sel fondu favorise une diffusion rapide et efficace du bore dans la surface de la pièce.
3. **Immersion des pièces** : Les pièces métalliques, souvent de géométrie complexe, sont immergées dans le bain. Une attention particulière doit être portée à la résistance des pièces aux chocs thermiques pendant l'immersion et la sortie du bain, car les différences de température peuvent provoquer des déformations ou des fissures. Ce phénomène est particulièrement critique lorsque la pièce est soumise à des températures de bain très élevées et ensuite refroidie rapidement.
4. **Durée du traitement** : La durée de l'immersion dans le bain dépend de l'épaisseur de la couche de borure désirée. Le processus peut durer de plusieurs heures. La diffusion du bore dans la pièce est favorisée par la chaleur et la composition chimique du bain.

La Figure II. 6 présente de manière schématique le dispositif conventionnel employé pour la boruration électrochimique dans des sels fondus.

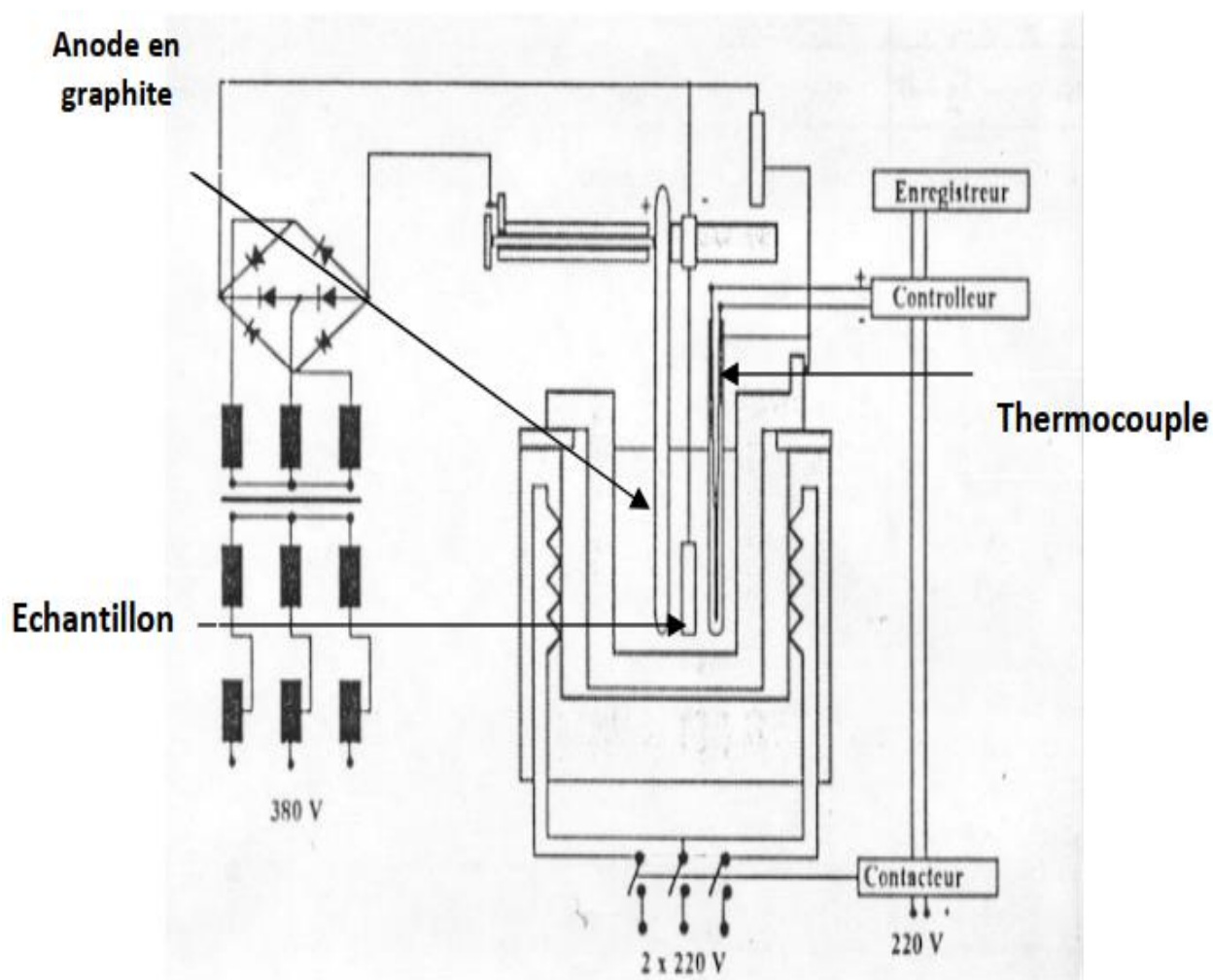


Figure II. 14 : Dispositif industriel de boruration électrochimique [53].

II.4.1.3 Boruration en milieu gazeux

Le processus de boruration gazeuse implique l'introduction de gaz borurés dans un four à haute température où les pièces métalliques à traiter sont placées. Ces gaz réagissent à la surface du métal pour former une couche de borure, souvent composée de FeB et Fe_2B dans le cas des aciers. Cette méthode offre un contrôle précis sur l'épaisseur et la composition de la couche borurée en ajustant la concentration des gaz, la température et la durée du traitement [54, 55].

L'utilisation de gaz tels que le diborane B_2H_6 permet d'obtenir une diffusion rapide du bore et une bonne adhérence de la couche formée. Cependant, le diborane est extrêmement dangereux, car

il est non seulement hautement toxique, mais aussi extrêmement inflammable. En raison de ces risques majeurs, le diborane n'a jamais connu une utilisation à grande échelle dans les procédés de boruration industrielle. [56].

D'autres composés, tels que le trichlorure de bore (BCl_3) et le trifluorure de bore BF_3 sont souvent utilisés comme alternatives au diborane dans la boruration en milieu gazeux. Le trichlorure de bore BCl_3 par exemple est plus fréquemment employé dans les environnements industriels en raison de sa meilleure stabilité par rapport au diborane. Cependant, bien qu'il présente des avantages, le BCl_3 reste toxique et inflammable, nécessitant des précautions strictes lors de sa manipulation. Lorsqu'il est en contact avec de l'humidité, le BCl_3 libère des fumées corrosives et irritantes, comme l'acide chlorhydrique HCl , ce qui complique son utilisation dans des conditions industrielles non contrôlées [54].

Le trifluorure de bore BF_3 est également employé dans certains procédés de boruration gazeuse. Il présente des caractéristiques de diffusion similaires à celles du BCl_3 , avec une meilleure résistance à l'humidité. Cependant, le BF_3 est encore plus difficile à manipuler, car il est non seulement toxique, mais aussi corrosif. Ses propriétés acides augmentent les risques de dégradation des équipements et de contamination environnementale [54].

Les propriétés les plus importantes de ces gaz sont énumérées dans le tableau suivant :

Tableau II. 3 : Les composés gazeux employés pour la boruration

Nature du gaz de Boruration	Formule Chimique	% de bore en masse	Température de fusion ($^{\circ}\text{C}$)	Température d'ébullition ($^{\circ}\text{C}$)
Trifluorure de Bore	BF_3	15,95	-128,8	-101
Trichlorure de Bore	BCl_3	9,23	-107,3	13
Tribromure de Bore	BBr_3	4,32	-46	90,01
Diborane	B_2H_6	39,08	-165,5	-92,5
Bore triméthyle	$(\text{CH}_3)_3\text{B}$	19,35	-165,5	-20
Bore triéthyle	$(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{B}$	11,04	-95	95

Tableau II. 4 : comparatif des méthodes de boruration

Méthode	Sous-type	Avantages	Inconvénients
Boruration solide	Par poudre	Processus simple et peu coûteux	Nécessite une grande quantité de poudre
		Couverture homogène (idéal pour pièces complexes)	Environnement poussiéreux (risques sanitaires)
		Adaptée aux traitements de masse	
	Par pâte	Économie de matériau	Application plus lente (manutention manuelle)
		Précision (boruration sélective possible)	Coût plus élevé que la poudre
		Meilleur contrôle de l'épaisseur	
		Environnement plus propre	
Boruration liquide		Adaptée aux géométries complexes	Corrosion des équipements
		Diffusion rapide du bore	Risque de contamination du bain
		Épaisseur ajustable	Sensibilité aux chocs thermiques
Boruration gazeuse		Couche de bore très uniforme	Gaz toxiques et inflammables (sécurité critique)
		Contrôle précis (épaisseur, vitesse)	Équipements coûteux et maintenance complexe
		Meilleure finition de surface	Dégradation des installations (corrosion gazeuse)
		Diffusion plus rapide que les autres méthodes	

II.4.1.4 Étapes Générales de la Boruration Chimique

La boruration chimique peut être réalisée par trois méthodes principales : en milieu solide, liquide et gazeux. Chacune de ces méthodes suit des étapes communes mais diffère par le milieu utilisé pour diffuser le bore dans le substrat. Voici une présentation des étapes générales suivies par les différences spécifiques de chaque méthode[15, 16, 57].



Figure II. 15 : Diagramme du processus de Boruration chimique.

- a) **Préparation** : Les pièces métalliques sont soigneusement nettoyées pour éliminer toute contamination.
- b) **Application du Milieu de Boruration** : Milieu Solide, Milieu Liquide, Milieu Gazeux
- c) **Chauffage** : Les pièces emballées, immergées ou exposées sont chauffées à des températures élevées, généralement entre 800°C et 1000°C pour le milieu solide, et entre 900°C et 950°C pour les milieux liquide et gazeux.
- d) **Diffusion** : Les atomes de bore diffusent dans la surface des pièces métalliques, formant des couches dures de borures comme FeB et Fe₂B.
- e) **Refroidissement** : Après la diffusion du bore, les pièces sont refroidies, soit dans l'air, soit par trempe, selon les exigences de l'application.

II.4.2 Techniques physiques de boruration

Les techniques physiques de boruration comprennent plusieurs méthodes avancées qui utilisent différentes formes d'énergie pour introduire des atomes de bore dans le substrat :

1. **Boruration par décharge lumineuse** : Cette technique utilise une décharge lumineuse pour activer les atomes de bore, qui diffusent ensuite dans le substrat métallique. Cette méthode permet un contrôle précis de l'énergie et de la distribution des atomes de bore, offrant ainsi des couches de borure de haute qualité.
2. **Implantation ionique** : Dans cette méthode, les ions de bore sont accélérés dans un champ électrique et implantés directement dans la surface du substrat. Cette technique permet une introduction très précise des atomes de bore et peut être utilisée pour modifier les propriétés de surface à des échelles très fines.
3. **Méthodes à haute énergie** : Ces techniques incluent l'alliage de surface avec du bore, la pulvérisation thermique et la pulvérisation par détonation. L'alliage de surface utilise une source d'énergie haute densité pour fusionner une fine couche de bore à la surface du matériau.

La pulvérisation thermique et par détonation utilisent des jets de particules de bore chauffées à haute température pour former une couche de borure sur le substrat.

4. **Revêtement par bore :** Cette méthode implique le dépôt de couches de bore sur la surface du substrat à l'aide de techniques telles que le dépôt physique en phase vapeur (PVD) et le dépôt chimique en phase vapeur (CVD). Ces techniques permettent d'obtenir des couches de borure très uniformes et adhérentes, idéales pour des applications nécessitant des propriétés de surface améliorées.

II.5 Effet de la boruration sur les propriétés des aciers

La boruration améliore significativement les propriétés de surface des aciers, en augmentant leur dureté, leur résistance à l'usure et leur résistance à la corrosion. Ce traitement permet également d'améliorer l'adhérence des couches de protection et d'influencer favorablement les propriétés élasto-plastiques et de fatigue des matériaux.

II.5.1 Propriétés mécaniques

La boruration des aciers produit des couches de surface extrêmement dures, dépassant 20 GPa, offrant une résistance à l'usure et à l'abrasion supérieure à d'autres procédés comme la nitruration et la cémentation [58]. Atik et al. (2003) ont étudié et comparé les effets de la nitruration, de la cémentation et de la boruration sur les aciers SAE 1010, 1040 et D2. Les résultats obtenus pour les aciers borurés montrent des augmentations de dureté de surface plus importantes par rapport aux résultats de la cémentation et de la nitruration [58].

II.5.2 Propriétés élasto-plastiques

Genel et al. (2003) ont déterminé que la dureté des aciers borurés AISI W1 augmente avec la température jusqu'à 1223 K, puis diminue à des températures plus élevées en raison du grossissement des grains [59]. La dureté varie aussi selon le temps d'exposition. La couche de borure conserve sa dureté jusqu'à 1173 K, permettant divers traitements thermiques [60]. Yan et al. (2001) ont constaté une diminution de la dureté des couches de borure AISI 1045 avec l'augmentation de la température [61].

II.5.3 Adhérence

L'adhérence entre un revêtement et un substrat est une propriété essentielle pour la durabilité des systèmes revêtus. Elle peut être mesurée à l'aide de méthodes mécaniques comme les tests d'indentation Rockwell-C et de rayure. Le test Rockwell-C induit des contraintes de cisaillement qui permettent d'évaluer l'adhérence du revêtement en observant le délaminage autour de la zone d'indentation. Un bon revêtement résiste aux contraintes et présente un délaminage limité, tandis qu'un délaminage étendu indique une adhérence insuffisante.

Les couches de borure sur des aciers faiblement alliés montrent généralement une meilleure adhérence, tandis que celles sur des aciers fortement alliés ont une adhérence réduite, en raison des contraintes résiduelles du FeB. L'adhérence diminue avec l'augmentation de la température de boruration [62, 63].

II.5.4 Résistance à l'usure

Les revêtements de borure sur aciers sont largement utilisés pour améliorer la résistance à l'usure par abrasion et limiter la dégradation thermique des pièces. La boruration est particulièrement efficace pour les unités de friction fortement chargées, comme illustré dans la figure II.18 par un test d'abrasion sur l'acier boruré AISI 1045. Cependant, la performance tribologique des revêtements de borure peut être affectée par des contraintes à l'interface FeB-Fe₂B, pouvant entraîner des fissures et la formation de fragments d'usure durs [41].

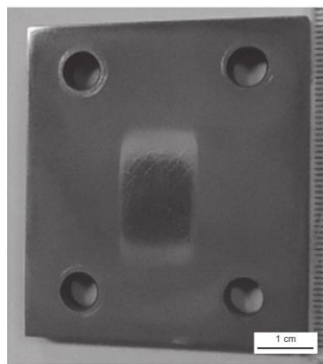


Figure II. 16 : la marque caractéristique faite par un test d'usure par abrasion sur AISI 1045 [64].

Des études comparatives ont montré que les aciers borurés, comme l'AISI 9840, surpassaient souvent les aciers cémentés en termes de résistance à l'usure. Cette performance est attribuée à la formation de borures de chrome et de nickel dans la couche de borure. Les tests ont également révélé que l'acier boruré AISI 1020 avait une meilleure résistance à l'usure en conditions de glissement à sec par rapport à des aciers cémentés [41].

Une étude de Tabur et al. sur l'acier AISI 8620 a montré que la résistance à l'usure augmentait avec le temps d'exposition à la boruration, mais diminuait à des températures plus élevées. Les aciers borurés ont démontré une amélioration de la résistance à l'usure par abrasion pouvant aller jusqu'à 500 % [65].

II.5.5 Fatigue

La résistance à la fatigue des aciers borurés varie : elle augmente pour les aciers à faible teneur en carbone et haute teneur en chrome, mais diminue pour les aciers au chrome-silicium et chrome-nickel [66]. Gurevich et Pirogova (1967) ont noté que la boruration électrochimique suivie d'un revenu améliore la limite de fatigue [67].

II.5.6 Résistance à la corrosion

La boruration renforce la résistance à la corrosion-érosion des matériaux ferreux, surtout dans les acides dilués non oxydants et les milieux alcalins. Elle est plus efficace que la nitruration, la cémentation et la trempe, notamment dans des solutions d'acide sulfurique dilué à 329 K [40].

Alimov et al. (1967) [68] ont montré que les couches de borure ($\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$) sur des aciers faiblement alliés, utilisées dans des industries pharmaceutiques, résistent bien aux solutions faiblement acides, bien que la corrosion augmente avec la concentration en acide sulfurique [68]. Val'skii et Khusit (1981) ont constaté que les aciers borurés offrent une meilleure résistance à la corrosion, même à des températures allant jusqu'à 363 K [69]. L'acier AISI 1020, boruré à 1173 K pendant 8 heures, a montré une résistance accrue à la corrosion dans les milieux liquide et vapeur, avec des pertes de poids bien inférieures à celles des aciers non borurés. Des tests sur de l'acier AISI H13 ont montré une amélioration de la résistance à la corrosion, avec une augmentation de 20 à 34 fois, liée à l'épaisseur et à la rugosité des couches de borure.

II.6 Applications industrielles de la boruration :

La boruration est un procédé de traitement de surface essentiel pour de nombreuses industries en raison de sa capacité à améliorer les propriétés des matériaux. Ce traitement offre une dureté de surface exceptionnelle, une résistance accrue à l'usure et à la fatigue, ainsi qu'une meilleure tenue à la corrosion, notamment dans des environnements acides [70]. Ces améliorations permettent d'augmenter la durabilité et la performance des composants, réduisant ainsi les coûts de maintenance et prolongeant la durée de vie des équipements. La boruration trouve des applications variées dans plusieurs secteurs industriels[55, 71] , Ces applications sont résumées dans le tableau ci-dessous, qui fournit un aperçu des secteurs d'activité, des applications spécifiques et des propriétés améliorées

Tableau II. 5 : Applications Industrielles de la Boruration[23, 71].

Secteur d'Activité	Fonctions principales	Propriétés Améliorées	Épaisseur Typique de la Couche Borurée
Industrie Mécanique	Roulements, fraises de générateur, fraises pour fraiseuse, forets, moules, canons de perçage	Dureté, résistance à l'usure et à la fatigue	50 μm à 250 μm (faiblement alliés), 25 μm à 76 μm (fortement alliés)
Industrie Aéronautique	Aubes de turbine	Résistance à haute température	50 μm à 250 μm (faiblement alliés), 25 μm à 76 μm (fortement alliés)
Industrie Énergétique		Panneaux photovoltaïques (PV)	Durabilité, efficacité
Industrie Chimique	Pistons pour l'industrie du verre, bacs pour acide, cryolite, zinc ou aluminium fondus	Résistance à la corrosion chimique	50 μm à 250 μm (faiblement alliés), 25 μm à 76 μm (fortement alliés)
Industrie Automobile	Engrenages, soupapes, disques et plaquettes de frein, arbres de pompe	Résistance à l'usure	50 μm à 250 μm (faiblement alliés), 25 μm à 76 μm (fortement alliés)
Industrie Médicale	Prothèses totales de hanche, tige métallique	Biocompatibilité, résistance à l'usure	50 μm à 250 μm (faiblement alliés), 25 μm à 76 μm (fortement alliés)
Industrie Textile et Plastique	Buses, plaques de buses, guides fils, tubes, molettes de coupe, vis de boudineuses, cylindres	Durabilité, efficacité	50 μm à 250 μm (faiblement alliés), 25 μm à 76 μm (fortement alliés)
Industrie Alimentaire	Raccords hydrauliques	Durabilité, hygiène	50 μm à 250 μm (faiblement alliés), 25 μm à 76 μm (fortement alliés)

II.7 Conclusion

La boruration est une technique pour optimiser les performances et la durabilité des matériaux utilisés dans une variété d'industries. Ce traitement de surface améliore significativement la dureté, la résistance à l'usure, à la corrosion et à la fatigue des composants métalliques, tout en augmentant leur durabilité et en réduisant les coûts de maintenance.

Grâce à ces avantages, la boruration trouve des applications étendues dans les secteurs mécanique, automobile, aéronautique, chimique, textile, alimentaire et médical. Les innovations continues dans les méthodes de boruration et la compréhension approfondie des mécanismes sous-jacents ouvrent la voie à des améliorations technologiques supplémentaires et à une adoption plus large dans diverses applications industrielles. La boruration contribue non seulement à améliorer la performance des matériaux, mais aussi à favoriser des avancées économiques et environnementales significatives, renforçant ainsi son rôle crucial dans le domaine du traitement de surface des matériaux.

CHAPITRE III

Les modèles mathématiques de la diffusion

CHAPITRE III

Les modèles mathématiques de la diffusion

III.1 Classification des Modèles de Diffusion

Les modèles de diffusion peuvent être classés en plusieurs catégories selon leurs méthodologies et la complexité des scénarios qu'ils abordent. Ces catégories incluent les modèles empiriques, les modèles analytiques, les modèles numériques, et les modèles hybrides. Chaque approche offre des avantages distincts et est adaptée à des types spécifiques de problèmes de diffusion.

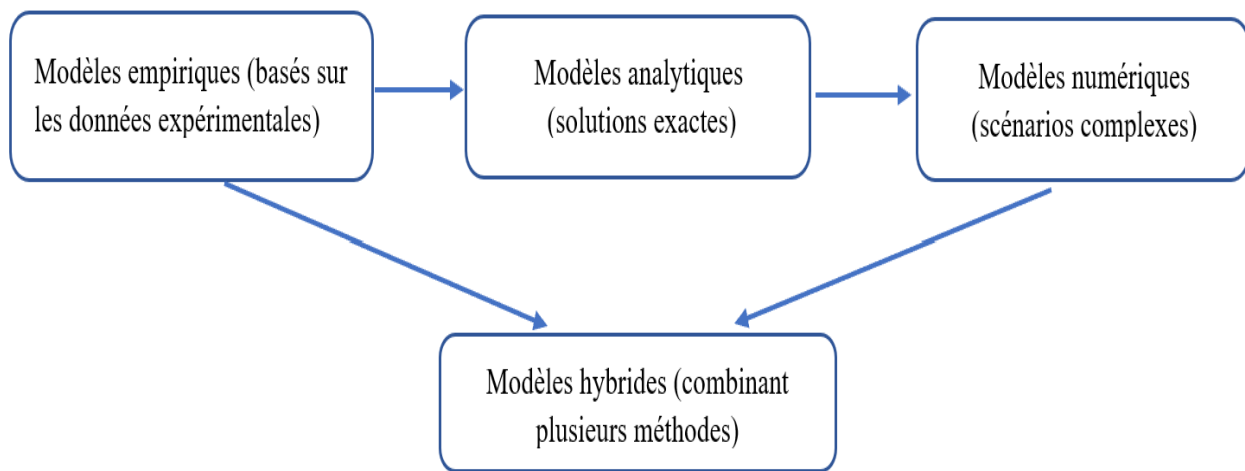


Figure III. 1 : Différents modèles de diffusion.

III.1.1 Modèles Empiriques

Les modèles empiriques sont basés sur des observations expérimentales et fournissent des relations directes entre les paramètres de diffusion et le comportement des matériaux. Ces modèles sont souvent utilisés lorsque les modèles théoriques sont trop complexes ou lorsque des données expérimentales abondantes sont disponibles. Les modèles empiriques sont particulièrement utiles pour l'optimisation des processus, où l'objectif est de régler des paramètres comme la température et le temps pour obtenir des propriétés spécifiques.

Un exemple typique de modèle empirique est l'utilisation de l'équation d'Arrhenius pour décrire la dépendance du coefficient de diffusion par rapport à la température :

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (\text{III.1})$$

Où :

D_0 est le facteur pré-exponentiel, Q est l'énergie d'activation, R est la constante des gaz, T est la température absolue.

Les modèles empiriques sont simples et peuvent être très efficaces lorsqu'ils sont utilisés dans des systèmes où les conditions sont bien comprises et constantes. Cependant, ils sont souvent limités dans leur capacité à prédire des comportements dans de nouveaux matériaux ou sous des conditions différentes.

III.1.2 Modèles Analytiques

Les modèles analytiques impliquent la résolution des lois de diffusion de Fick pour obtenir des solutions exactes sous des conditions spécifiques. Ces modèles sont généralement appliqués à des scénarios de diffusion simples où la géométrie, les conditions aux limites, et les propriétés des matériaux sont bien définies et relativement stables.

Par exemple, pour un solide semi-infini avec une concentration de surface constante, la solution à la seconde loi de Fick est donnée par :

$$C(x, t) = C_s \left(1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \right) \quad (\text{III.2})$$

où :

- C_s est la concentration de surface,
- erf est la fonction erreur,
- x est la distance par rapport à la surface,
- t est le temps,
- D est le coefficient de diffusion.

Les modèles analytiques sont précieux car ils fournissent des solutions explicites qui sont faciles à interpréter et à appliquer. Cependant, leur applicabilité est généralement limitée aux

scénarios où les hypothèses, telles que les coefficients de diffusion constants et les géométries simples, sont vraies. Ils sont souvent utilisés dans des contextes éducatifs ou dans les premières étapes de la conception des matériaux.

III.1.3 Modèles Numériques

Les modèles numériques sont employés pour résoudre des problèmes de diffusion complexes qui ne peuvent être traités par des solutions analytiques. Ces modèles utilisent des techniques computationnelles telles que les méthodes des différences finies, des éléments finis, ou des volumes finis pour discrétiser les équations de diffusion et les résoudre de manière itérative dans le temps et l'espace.

Les modèles numériques sont particulièrement utiles pour aborder la diffusion dans des systèmes présentant des comportements non linéaires, des propriétés matérielles variables, ou des géométries complexes. Ils peuvent également incorporer des phénomènes physiques supplémentaires, tels que les transformations de phase, les réactions chimiques, et les contraintes mécaniques, ce qui les rend très polyvalents.

Par exemple, la méthode des différences finies discrétise l'équation de diffusion pour un système unidimensionnel comme suit :

$$\frac{C_i^{n+1} - C_i^n}{\Delta t} = D \frac{C_{i+1}^n - C_i^n - C_{i-1}^n}{(\Delta x)^2} \quad (\text{III.3})$$

Où :

- C_i^n est la concentration à la position i et au pas de temps n ,
- Δt est le pas de temps,
- Δx est le pas spatial.

Les modèles numériques sont hautement adaptables mais peuvent être gourmands en ressources computationnelles, en particulier pour les problèmes tridimensionnels ou lorsque des précisions élevées sont nécessaires. Ils sont largement utilisés dans la recherche et les applications industrielles où une modélisation détaillée des processus de diffusion est nécessaire.

III.1.4 Modèles Hybrides

Les modèles hybrides combinent des éléments des approches empiriques, analytiques et numériques, exploitant les forces de chacune pour aborder des scénarios de diffusion complexes. Ces modèles sont souvent utilisés dans la modélisation multi-échelle, où les processus de diffusion sont analysés à différentes échelles, telles que les niveaux atomique et macroscopique, puis couplés pour fournir une compréhension globale du comportement du matériau.

Dans les modèles hybrides, un modèle empirique peut être utilisé pour établir des tendances générales ou des conditions initiales, tandis qu'un modèle analytique traite du processus de diffusion de base, et un modèle numérique aborde les détails les plus fins ou les aspects plus complexes. Cette approche permet à la fois une optimisation à haut niveau des processus et une analyse détaillée des matériaux.

Les modèles hybrides sont particulièrement précieux dans les applications où plusieurs phénomènes physiques sont en jeu, tels que dans les matériaux à plusieurs phases, les microstructures variables, ou sous des conditions extrêmes. Ils offrent une approche équilibrée qui peut fournir à la fois précision et efficacité computationnelle.

III.1.5 Vue d'Ensemble Comparée des Approches de Modélisation de la Diffusion

Pour mieux comprendre les différences et les applications de ces approches de modélisation de la diffusion, le tableau suivant résume les caractéristiques clés de chaque approche.

Tableau III. 1 : Comparaison entre les Approches de Modélisation de la Diffusion.

Approche	Caractéristiques	Applications
Modèles Empiriques	Basé sur des données expérimentales ; relations simples	Optimisation des processus ; prédictions basées sur des données
Modèles Analytiques	Solutions exactes ; conditions simples	Fins éducatives ; analyse de matériaux de base

Modèles Numériques	Traite des scénarios complexes ; solutions itératives	Simulations détaillées ; comportement complexe des matériaux
Modèles Hybrides	Combine des éléments empiriques, analytiques et numériques	Modélisation multi-échelle ; conception avancée de matériaux

III.2 Importance de la validation expérimentale

III.2.1 La validation expérimentale sert plusieurs objectifs

Évaluation de la précision : Elle permet de déterminer si les prédictions du modèle sont conformes aux résultats réels.

- **Affinement du modèle** : Les divergences entre le modèle et les données expérimentales peuvent indiquer des domaines où le modèle doit être amélioré.
- **Applicabilité** : La validation confirme si le modèle peut être appliqué à différents matériaux ou dans des conditions variées sans perte significative de précision.
- **Pouvoir prédictif** : Un modèle validé peut prédire de manière fiable des résultats dans des scénarios où les données expérimentales ne sont pas facilement disponibles.

III.2.2 Étapes de la Validation Expérimentale des Modèles de Diffusion

III.2.2.1 Formulation du Modèle

Avant que la validation expérimentale ne puisse avoir lieu, un modèle bien formulé basé sur des principes physiques, tels que les lois de diffusion de Fick, doit être établi. Ce modèle doit intégrer tous les paramètres pertinents, y compris la température, le temps, les coefficients de diffusion, et les conditions aux limites.

III.2.2.2 Sélection des Conditions Expérimentales

L'étape suivante consiste à sélectionner des conditions expérimentales appropriées qui permettront une comparaison significative avec les prédictions du modèle. Les variables clés incluent la température à laquelle la diffusion se produit, la durée du processus, et la concentration initiale des espèces diffusantes (par exemple, le bore). Dans la boruration, les configurations

expérimentales typiques peuvent impliquer de soumettre des échantillons d'acier à des atmosphères contrôlées de bore à haute température, suivies d'un refroidissement et d'une analyse.

III.2.2.3 Préparation des Échantillons et Exécution du Processus

Les échantillons doivent être préparés d'une manière cohérente avec les hypothèses du modèle. Cela peut impliquer de s'assurer de l'uniformité de la composition du matériau, de la finition de surface et de la taille des échantillons. Le processus est ensuite réalisé dans des conditions contrôlées, en veillant à ce que les paramètres tels que la température et le temps soient précisément surveillés et enregistrés.

III.2.2.4 Comparaison des Données Expérimentales avec les Prédictions du Modèle

Les données expérimentales obtenues à partir des techniques de caractérisation sont ensuite comparées aux prédictions du modèle. Cette comparaison peut être quantitative (par exemple, comparer les épaisseurs prévues et mesurées des couches de borures) ou qualitative (par exemple, comparer les distributions de phases prévues et observées). Les écarts entre le modèle et les données expérimentales peuvent mettre en évidence des domaines où le modèle peut nécessiter un affinage.

III.2.2.5 Affinement du Modèle

Si des écarts significatifs sont constatés, le modèle peut nécessiter des ajustements. Cela pourrait impliquer le recalcul des coefficients de diffusion, la modification des conditions aux limites, ou l'incorporation de phénomènes physiques supplémentaires tels que les transformations de phase ou les effets de contrainte. Le modèle affiné est ensuite revalidé en utilisant des données expérimentales supplémentaires.

III.2.2.6 Analyse Statistique

Pour garantir la fiabilité du processus de validation, une analyse statistique est souvent employée. Des techniques telles que l'analyse de régression, l'analyse de variance (ANOVA) et les intervalles de confiance peuvent aider à quantifier le niveau d'accord entre le modèle et les données expérimentales. Cette analyse peut également déterminer si les différences observées sont statistiquement significatives ou dans une plage d'erreur acceptable.

III.2.2.7 Analyse d'incertitude

L'analyse d'incertitude est cruciale dans la validation expérimentale, en particulier lorsqu'il s'agit de systèmes complexes tels que la diffusion dans les matériaux. Cela implique d'évaluer les sources potentielles d'erreur dans les mesures expérimentales et les prédictions du modèle. Les sources courantes d'incertitude incluent les erreurs de mesure, les variations des propriétés des matériaux, et les hypothèses faites dans le modèle.

Les résultats de l'analyse d'incertitude peuvent être utilisés pour affiner davantage le modèle ou pour établir des limites de confiance sur les prédictions du modèle. Dans le contexte de la boruration, par exemple, l'incertitude dans les coefficients de diffusion du bore dans les phases FeB et Fe₂B pourrait entraîner des variations dans les épaisseurs de couches prévues. En quantifiant cette incertitude, les chercheurs peuvent mieux comprendre les limites du modèle et prendre des décisions plus éclairées quant à son utilisation.

III.2.2.8 Validations à travers divers scenarios

Un modèle est considéré comme robuste s'il peut prédire avec précision des résultats dans une variété de scénarios différents. Par conséquent, la validation expérimentale ne doit pas se limiter à un seul ensemble de conditions. Le modèle doit être testé sous différentes températures, durées et compositions de matériaux. Dans le cas de FeB et Fe₂B, cela pourrait impliquer la validation du modèle pour différents alliages d'acier ou la variation de la concentration de bore dans le processus.

III.3 Modèle mathématique de la diffusion de bore

III.3.1 Lois de Fick

Les théories de la diffusion reposent principalement sur deux approches fondamentales, la théorie atomistique, qui prend en compte les interactions entre les défauts cristallins, les lacunes, les atomes interstitiels et les impuretés ; et la théorie phénoménologique de Fick, qui modélise la diffusion à l'aide des équations différentielles établies par Fick, en fonction des conditions aux limites et de la diffusivité de l'espèce diffusante.

La diffusion est un processus de transport irréversible induit par l'agitation thermique. D'un point de vue macroscopique, elle se manifeste par le déplacement spontané des espèces chimiques d'une zone de forte concentration vers une zone de faible concentration. Ce phénomène, régi par les lois de Fick, se produit dans tous les états de la matière (solide, liquide ou gazeux) et constitue

un mécanisme essentiel dans divers traitements thermochimiques, comme la nitruration ou la cémentation, qui visent à améliorer les propriétés mécaniques ou la résistance à la corrosion des matériaux.[72]

III.3.1.1 Première loi de Fick

Considérons un milieu B contenant une espèce chimique A, et une surface S. Si la concentration de A en un point x et à un instant t est notée $C_A(x,t)$, alors le flux de diffusion J_A (en $\text{mol}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$) représente la quantité de matière traversant, par unité de temps, une unité de surface perpendiculaire au sens du transfert.

La première loi de Fick s'exprime par :

$$J = -D \frac{\partial C(x,t)}{\partial x} \quad (\text{III.4})$$

Où :

- J : flux de diffusion ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$),
- D : coefficient de diffusion ou diffusivité (m^2/s),
- $C(x,t)$: concentration de bore

Le signe négatif reflète le fait que la diffusion s'effectue dans le sens décroissant du gradient de concentration (de la zone la plus concentrée vers la moins concentrée). [73]

III.3.1.2 Deuxième loi de Fick

La deuxième loi de Fick [73] découle de la combinaison de la première loi avec le principe de conservation de la matière (équation de continuité). Elle permet de décrire l'évolution temporelle de la concentration dans un milieu diffusif.

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (\text{III.5})$$

Dans le cas particulier où la diffusivité D est constante, cette équation se simplifie en une équation différentielle du second ordre :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (\text{III.6})$$

La première loi de Fick s'applique en régime stationnaire, lorsque le flux ne dépend pas du temps. La seconde loi, en revanche, décrit un régime transitoire, où le flux et le gradient de concentration varient avec le temps.

III.3.2 Les modèles pour simulation des couches monophasée

Les modèles mathématiques décrivant les couches monophasées se focalisent sur la croissance d'une seule phase de borure, soit FeB, soit Fe₂B, à la surface du matériau. Ces modèles intègrent la diffusion du bore au sein de la couche formée, la cinétique de formation du borure, ainsi que les conditions aux limites, définies principalement par la concentration en bore à la surface et par la température du traitement.

La Figure III.2 présente une représentation schématique du profil de concentration du bore à travers la couche de Fe₂B.

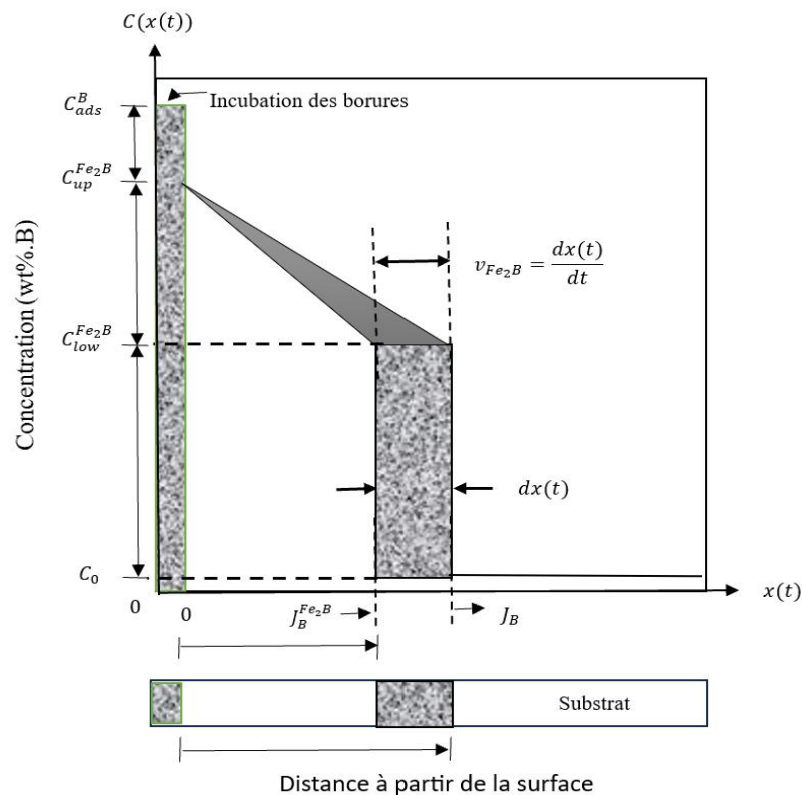


Figure III. 2 : Représentation schématique du profil de concentration du bore le long de la couche Fe₂B [74]

$C_{low}^{Fe_2B}$: La limite inférieure de la concentration en bore dans la couche Fe_2B (=8,83wt%)

$C_{up}^{Fe_2B}$: La limite supérieure de la concentration en bore dans la couche Fe_2B (=9 wt%) [75]

v : L'épaisseur de la couche Fe_2B

C_{ads} : La quantité de bore adsorbée à la surface du matériau.

C_0 : La solubilité limite de bore dans le substrat (≈ 0 wt%).

L'évolution de la concentration du bore le long de la couche Fe_2B en fonction des deux paramètres (la distance de diffusion et le temps) est donné par l'équation (III.7) :

$$D_B^{Fe_2B} \frac{\partial^2 C_{Fe_2B}(x,t)}{\partial x^2} = \frac{\partial C_{Fe_2B}(x,t)}{\partial t} \quad (0.7)$$

$D_B^{Fe_2B}$: est le coefficient du bore de la couche Fe_2B .

Généralement, ces modèles considèrent les conditions initiales et aux limites suivantes :

Les conditions initiales :

$$t=0, x>0, \text{ avec } C_{Fe_2B}(x(t), t=0) = C_0 \approx 0 \text{wt\%B} \quad (0.8)$$

Les conditions aux limites :

$$C_{Fe_2B}(x(t=t_0^{Fe_2B})=0, t=t_0) = C_{up}^{Fe_2B} \text{ pour } C_{ads} > 8,83 \text{wt\%B} \quad (0.9)$$

$$C_{Fe_2B}(x(t=t)=u(t), t=t) = C_{low}^{Fe_2B} \text{ pour } C_{ads} < 8,83 \text{wt\%B} \quad (0.10)$$

L'expression de l'épaisseur de la couche Fe_2B est donnée par l'équation :

$$u = k[t - t_0^{Fe_2B}(T)]^{1/2} \quad (0.11)$$

$t_0^{Fe_2B}$: Le temps d'incubation nécessaire à la formation de la couche Fe_2B

k : la constante du taux de croissance parabolique.

III.3.2.1 Modele Simple

Dans ce modèle, la solution générale de la deuxième loi de Fick, qui dépend de la géométrie d'un système semi-infini, est donnée par Kirkaldy [74] sous la forme suivante :

$$C(x, t) = A + B \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (0.1)$$

Où erf est la fonction erreur de Gauss, A et B sont des constantes dépendantes des conditions initiales et aux limites et x représente la profondeur de la diffusion effective de l'espace diffusante.

III.3.2.2 Modele Integrale

Ce modèle de diffusion est basé sur la méthode intégrale [76] pour résoudre l'équation de Fick (III.6). L'objectif est d'étudier la cinétique de croissance de la monocouche Fe_2B .

Dans ce modèle, l'évolution de la concentration du bore le long de la couche Fe_2B dépend de deux paramètres : la distance de diffusion et le temps. D'après la méthode de Goodman [77], le profil de la concentration du bore (pour $0 \leq x \leq u$) est donné par l'équation (III.13) :

$$C_{Fe_2B}(x, t) = C_{low}^{Fe_2B} + a(t)[u(t) - x] + b(t)[u(t) - x] \quad (0.2)$$

Les trois paramètres $a(t)$, $b(t)$ et $u(t)$, qui dépendent du temps, doivent vérifier les conditions aux limites déjà mentionnées. Si l'on applique la condition aux limites en surface, on obtient l'équation (III.14) :

$$a(t)u(t) + b(t)u(t)^2 = C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B} \quad (0.14)$$

L'équation (III.14) représente la première contrainte algébrique pour ce problème de diffusion, et l'équation (III.15) est issue de l'intégration de l'équation (III.12) entre les limites 0 et $u(t)$:

$$\frac{d}{dt} \left[\frac{u(t)^2}{2} a_1(t) + \frac{u(t)^3}{3} b_1(t) \right] = 2D_B^{Fe_2B} b_1(t)u(t) \quad (0.3)$$

L'équation de conservation de matière à l'interface (Fe_2B /substrat) est exprimée par :

$$W \frac{dx}{dt} \Big|_{x=u} = -D_B^{Fe_2B} \frac{\partial C_{Fe_2B}(x,t)}{\partial x} \Big|_{x=u} \quad (0.4)$$

Avec

$$W = \left[\frac{(C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B})}{2} + (C_{low}^{Fe_2B} - C_0) \right]$$

La deuxième contrainte algébrique donnée par l'équation (III.17) est obtenue à partir l'équation de conservation de matière (III.16) :

$$(C_{up}^{Fe_2B} + C_{low}^{Fe_2B})b(t) = a(t)^2 \quad (0.5)$$

Les équations (III.14), (III.15) et (III.17) forment un système d'équations algébro-différentielles (EAD), dont les inconnues sont $a(t)$, $b(t)$ et $u(t)$. Ces variables doivent satisfaire les

conditions initiales de ce problème de diffusion. L'expression du coefficient de diffusion du bore dans la couche (Fe_2B) est donnée par l'équation (III.18) :

$$D_B^{\text{Fe}_2\text{B}} = \eta k^2 \quad (0.6)$$

Avec

$$\eta = \left[\left(\frac{1}{16} \right) \left(\frac{C_{up}^{\text{Fe}_2\text{B}} + C_{low}^{\text{Fe}_2\text{B}}}{C_{up}^{\text{Fe}_2\text{B}} - C_{low}^{\text{Fe}_2\text{B}}} \right) \left(1 + \sqrt{4 + \left(\frac{C_{up}^{\text{Fe}_2\text{B}} - C_{low}^{\text{Fe}_2\text{B}}}{C_{up}^{\text{Fe}_2\text{B}} + C_{low}^{\text{Fe}_2\text{B}}} \right)} \right) + \left(\frac{1}{12} \right) \right]$$

L'expression de l'épaisseur de la couche Fe_2B est donnée dans ce cas par l'équation (III.19) :

$$u = \sqrt{\frac{D_B^{\text{Fe}_2\text{B}} [t - t_0^{\text{Fe}_2\text{B}}]}{\eta}} \quad (0.7)$$

Pour tenir compte de l'effet du temps d'incubation sur la cinétique de la formation de la couche Fe_2B , nous avons introduit le paramètre $\beta(T)$ qui est donnée par l'équation (III.20) :

$$\beta(T) = \sqrt{1 - \frac{t_0^{\text{Fe}_2\text{B}}}{t}} \quad (0.20)$$

Finalement, on peut réécrire l'expression de l'épaisseur u de la couche Fe_2B comme suit :

$$u = \beta(T) \sqrt{\frac{D_B^{\text{Fe}_2\text{B}} t}{\eta}} \quad (0.21)$$

III.3.3 Les modèles pour la simulation des couches biphasée

La Figure III.3 illustre les profils de concentration du bore à travers les couches Fe_2B et FeB .

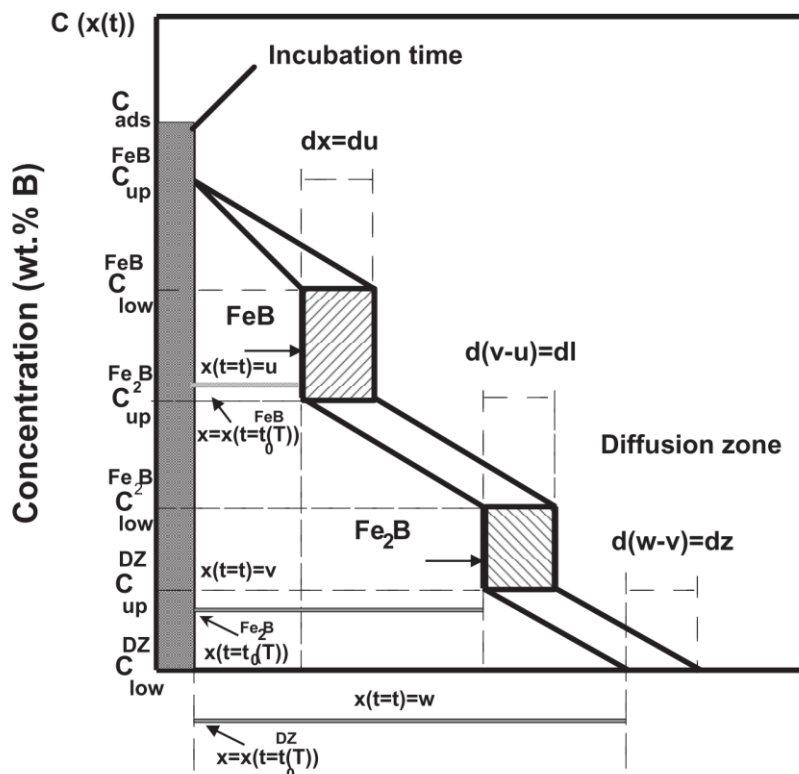


Figure III. 3 : Représentation schématique du profil de concentration en bore le long des couches FeB et Fe₂B [78].

C_{ads} est la limite de solubilité du bore dans le substrat pour laquelle on souscrit une valeur de $35 \times 10^{-4} \%$ en poids de Bore, u et v sont respectivement les épaisseurs des couches de FeB et (FeB+Fe₂B), qui varient avec le temps de traitement selon les équations suivantes :

$$u = k_1 t^{1/2} \quad (0.8)$$

$$v = k_2 t^{1/2} \quad (0.25)$$

Où k_1 et k_2 sont les constantes du taux de croissance parabolique aux première et deuxième interface (L'évolution des couches suit une loi parabolique en fonction du temps).

Généralement, les modèles pour simuler les couches biphasées considèrent les conditions suivantes :

La solution de l'équation (III.6) peut être obtenue en utilisant les conditions aux limites suivantes définies comme suit :

$$C_i\{x(t > 0) = 0\} = 0,$$

$$\begin{aligned}
C_{FeB}\{x(t=0)\} &= C_{up}^{FeB} = C_B^{S/FeB} \text{ si } C_{ads} > 16.23\% \text{ en poids de bore (wt.\% B),} \\
C_{FeB}\{x(t=0)\} &= C_{low}^{FeB} \text{ si } C_{ads} < 16.23\% \text{ in wt.\% B et avec la phase FeB,} \\
C_{Fe_2B}\{x(t=0)\} &= C_{up}^{Fe_2B} \text{ si } 8.83 \text{ in mass B } < C_{ads} < 16.23\% \text{ Poids de B et sans la phase FeB,} \\
C_{Fe_2B}\{x(t=0)\} &= C_{low}^{Fe_2B} \text{ si } C_{ads} < 8.83\% \text{ Poids de B et sans la phase FeB,} \\
C_{FeB}\{x(t=t)=u\} &= C_{low}^{FeB}, \\
C_{Fe_2B}\{x(t=t)=u\} &= C_{up}^{Fe_2B}, \\
C_{Fe_2B}(x(t=t)=v) &= C_{low}^{Fe_2B}, \\
C_{Fe}(x(t=t)=v) &= C_0.
\end{aligned}$$

Les modèles présentés dans ce chapitre sont conçus pour prédire l'épaisseur des couches de borure en fonction des paramètres suivants : la concentration en bore à la surface, le temps et la température.

III.3.3.1 Model Simple

Pour la phase (Fe₂B ou FeB), dans un système semi-infini tel que proposé par Kirkaldy et al. [79], la solution générale de l'équation (III.6) est donnée par l'équation suivante :

$$C_i(x, t) = A_i + B_i \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{D_i t}} \right)$$

Où *erf* la fonction erreur de Gauss est utilisée ; A_i et B_i sont des constantes à déterminer en fonction des conditions aux limites. Les interfaces (FeB/Fe₂B) et (Fe₂B/Fe) se déplacent d'une distance infiniment petite dx , résultant des flux entrants et sortants à la surface concernée, et s'expriment par les formules suivantes :

$$W_{FeB} \frac{du}{dt} = (J_{FeB} - J_{Fe_2B})_{x=u} \quad (0.9)$$

$$W_{Fe_2B} \frac{dv}{dt} + \sigma \frac{du}{dt} = (J_{Fe_2B} - J_{Fe})_{x=v} \quad (0.25)$$

Avec :

$$W_{FeB} = \frac{1}{2} (C_B^{S/FeB} - C_B^{FeB/Fe_2B}) + (C_B^{Fe_2B/FeB} - C_B^{FeB/Fe_2B}) \quad (0.10)$$

$$W_{Fe_2B} = \frac{1}{2} (C_B^{FeB/Fe_2B} - C_B^{Fe/Fe_2B}) + (C_B^{Fe/Fe_2B} - C_B^{Fe_2B/Fe}) \quad (0.11)$$

$$\sigma = \frac{1}{2} (C_B^{FeB/Fe_2B} - C_B^{Fe/Fe_2B}) \quad (0.12)$$

$$J_i = -D_i \frac{\partial C_i(x,t)}{\partial x} \quad (0.13)$$

Avec $i = (FeB, Fe_2B, Fe)$.

La cinétique d'évolution de l'épaisseur de la couche de Fe_2B est un processus limité par la diffusion des atomes de bore dans la couche de Fe_2B .

Où J_i correspond aux flux d'atomes de bore dans la phase i à la profondeur x , et elle est liée au gradient de concentration. k_1 et k_2 peuvent être obtenus en résolvant les équations non linéaires (III.24) et (III.25). Et en simplifiant les équations (III.24) et (III.25) on obtient :

$$W_1 \frac{k_1}{2} = (-B_1 D_1 \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{1}{2\sqrt{D_1 t}} e^{-\frac{x^2}{4D_1 t}} - A_2 D_2 \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{1}{2\sqrt{D_2 t}} e^{-\frac{x^2}{4D_2 t}}) \quad (0.14)$$

$$W_2 \frac{k_2}{2} + \sigma \frac{k_1}{2} = (-A_2 D_2 \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{1}{2\sqrt{D_2 t}} e^{-\frac{x^2}{4D_2 t}} - A_3 D_3 \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{1}{2\sqrt{D_3 t}} e^{-\frac{x^2}{4D_3 t}}) \quad (0.31)$$

$$\text{Où } A_1 = C_{FeB}^{up}, B_1 = \frac{C_{FeB}^{low} - C_{FeB}^{up}}{\text{erf}(\frac{u}{2\sqrt{D_1 t}})}, A_2 = \frac{C_{Fe_2B}^{up}}{\text{erfc}(\frac{v}{2\sqrt{D_2 t}})}, B_2 = -A_2, A_3 = \frac{C_{Fe_2B}^{low}}{\text{erfc}(\frac{v}{2\sqrt{D_3 t}})}, B_3 = -A_2$$

Après avoir résolu ces deux équations (III. 30 et III.31), la solution (k_1 et k_2) est utilisée pour calculer l'épaisseur des couches de borure (u et v), et également pour déterminer la concentration en bore par rapport à la profondeur.

III.3.3.2 Model Integrale

Ce modèle prend en compte la croissance successive des couches Fe_2B et FeB dans l'acier. La distribution de la concentration en bore à travers ces deux couches est régie par la deuxième loi de Fick.

Les expressions mathématiques des concentrations en bore dans chaque phase sont fondamentales pour cette approche, où ces concentrations sont supposées suivre une forme parabolique, conformément à la méthode de Goodman [74]. Ainsi, les profils de concentration du bore dans la couche FeB (pour $0 \leq x \leq u$) et dans la couche Fe_2B (pour $u \leq x \leq v$) sont respectivement donnés par les équations (III.32) et (III.33) :

$$C_{FeB}(x, t) = C_{low}^{FeB} + a_1(t)(u(t) - x) + b_1(t)(u(t) - x)^2 \quad (0.15)$$

$$C_{Fe_2B}(x, t) = C_{low}^{Fe_2B} + a_2(t)(v(t) - x) + b_2(t)(v(t) - x)^2 \quad (0.16)$$

Les paramètres $a_1(t), b_1(t), a_2(t), b_2(t), u(t), v(t)$ doivent répondre aux conditions aux limites. Ainsi, en appliquant ces conditions à la surface et au (FeB/Fe₂B) on obtient respectivement les équations (III.34) et (III.35) :

$$a_1(t)u(t) + b_1(t)u^2(t) = (C_{up}^{FeB} - C_{low}^{FeB}) \quad (0.17)$$

$$a_2(t)[v(t) - u(t)] + b_1(t)[v(t) - u(t)]^2 = (C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B}) \quad (0.18)$$

En intégrant la deuxième loi de Fick entre 0 et $u(t)$ pour la phase FeB, et entre $u(t)$ et $v(t)$ pour la phase Fe₂B, puis en appliquant la règle de Leibniz, on arrive aux équations différentielles ordinaires suivantes :

$$\frac{d}{dt} \left[\frac{u^2(t)}{2} a_1(t) + \frac{u^3(t)}{3} b_1(t) = 2D_1 b_1(t) u(t) \right] \quad (0.19)$$

$$2 w_{12} \frac{dv(t)}{dt} + \frac{[v(t)-u(t)]^2}{2} \frac{da_2(t)}{dt} + \frac{[v(t)-u(t)]^3}{3} \frac{db_2(t)}{dt} = 2D_2 b_2(t) [v(t) - u(t)] \quad (0.20)$$

Les deux contraintes algébriques appliquées à ce problème de diffusion peuvent être dérivées des équations (III.36 et III.37) de l'équation de continuité à l'interface (Fe₂B/Substrat) comme suit :

$$2 w_{12} b_1(t) D_1 = D_1 a_1^2(t) - D_2 a_1(t) (a_2(t) + 2b_2(t) [v(t) - u(t)]) \quad (0.21)$$

Avec

$$w_1 = \left[\frac{(C_{up}^{FeB} + C_{low}^{FeB})}{2} - C_{up}^{Fe_2B} \right]; \quad 2 w_{12} b_1(t) D_1 a_2(t) + 2 w_2 b_2(t) D_2 a_1(t) = D_2 a_2^2(t) a_1(t) \quad (0.22)$$

Avec

$$w_2 = \left[\frac{(C_{up}^{Fe_2B} + C_{low}^{Fe_2B})}{2} - C_0 \right] \text{ et } w_{12} = \frac{(C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B})}{2}$$

Les équations (III.35) et (III.40) forment un système d'équations algébriques différentielles (DAE) dont les inconnues sont $a_1(t), b_1(t), a_2(t), b_2(t), u(t), v(t)$ qui satisfont les contraintes algébriques données. Ce système (DAE) peut donc être résolu analytiquement en utilisant l'équation de variation de l'épaisseur de la couche de borure dans chaque phase.

Pour déterminer les coefficients de diffusion du bore dans chaque phase (FeB et Fe₂B), les changements variables suivants sont effectués :

$$a_1(t) = \frac{\alpha_1}{u(t)}, \quad b_1(t) = \frac{\beta_1}{u(t)^2}, \quad a_2(t) = \frac{\alpha_2}{[v(t)-u(t)]}, \quad b_2(t) = \frac{\beta_2}{[v(t)-u(t)]^2} \quad (0.40)$$

Dans lequel, les constantes α_1 , β_1 , α_2 et β_2 doivent satisfaire les conditions aux limites. Ainsi, l'expression des coefficients de diffusion du bore dans les phases FeB et Fe₂B sont calculées comme suit :

$$D_1 = k_1^2 \left[\frac{(C_{up}^{FeB} - C_{low}^{FeB})}{8\beta_1} - \frac{1}{24} \right] \quad \text{for } \beta_1 < 3 (C_{up}^{FeB} - C_{low}^{FeB}) \quad (0.41)$$

$$D_2 = \frac{k_2(k_2 - k_1)(C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B})}{4\beta_2} - (k_2 - k_1)^2 \left[\frac{(C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B})}{8\beta_1} - \frac{1}{24} \right] \quad (0.42)$$

Les relations entre les constantes α_1 et β_1 , et entre α_2 et β_2 sont données respectivement par :

$$\alpha_1 + \beta_1 = (C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{FeB}) \quad (0.43)$$

$$\alpha_2 + \beta_2 = (C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B}) \quad (0.44)$$

III.3.3.3 Model de Dybkov

Le modèle de Dybkov est couramment utilisé pour décrire la croissance des couches polyphasées, notamment celles constituées des phases FeB et Fe₂B générées lors du processus de boruration. Contrairement aux couches monophasées, les couches polyphasées résultent du développement simultané de plusieurs phases de borures, chacune présentant des caractéristiques spécifiques en termes de diffusion et de cinétique de croissance.

Ce modèle considère que les interfaces entre les différentes phases, telles que FeB/Fe₂B et Fe₂B/Fe, se déplacent à des vitesses déterminées par les flux diffusifs des atomes de bore et de fer à travers chaque phase. La croissance des couches est donc gouvernée par des mécanismes de diffusion combinés à des réactions chimiques localisées aux interfaces. L'évolution des épaisseurs des couches FeB et Fe₂B suit généralement une loi parabolique par rapport au temps, traduisant un ralentissement progressif de la vitesse de croissance à mesure que les couches s'épaississent.

Le modèle intègre également l'influence des conditions aux limites, telles que la concentration en bore à la surface et la température du traitement, ainsi que les coefficients de diffusion spécifiques à chaque phase. Cela permet non seulement d'estimer l'épaisseur de chaque couche, mais aussi de suivre le déplacement des interfaces en fonction des conditions opératoires.

Au début du processus, une réaction chimique directe entre les atomes de bore et de fer en surface conduit à la formation de la couche Fe₂B selon la réaction : $2\text{Fe}_{(\text{surf})} + \text{B}_{(\text{surf})} \rightarrow \text{Fe}_2\text{B}$.

Une fois formée, cette couche agit comme une barrière séparant les réactifs. Sa croissance ultérieure dépend de la contre-diffusion des atomes de fer et de bore à travers sa masse, accompagnée de deux réactions chimiques partielles :

- $2\text{Fe}_{(\text{diff})} + \text{B}_{(\text{surf})} \rightarrow \text{Fe}_2\text{B}$ (interface bore- Fe_2B)
- $\text{B}_{(\text{diff})} + 2\text{Fe}_{(\text{surf})} \rightarrow \text{Fe}_2\text{B}$ (interface Fe_2B -fer)

En conditions de contrôle réactionnel, c'est-à-dire lorsque la vitesse de diffusion des espèces réactives est plus élevée que celle des réactions interfaciales, la couche FeB peut se former selon les réactions :

- $\text{Fe}_{(\text{diff})} + \text{B}_{(\text{surf})} \rightarrow \text{FeB}$ à l'interface 1
- $\text{B}_{(\text{diff})} + \text{Fe}_2\text{B} \rightarrow 2\text{FeB}$ à l'interface 2 (Figure III.4).

Les augmentations d'épaisseur correspondantes sur une durée élémentaire dt sont notées $du\text{Fe}_1$ et $du\text{B}_2$.

Simultanément, la couche Fe_2B continue à se développer par les réactions :

- $\text{Fe}_{(\text{diff})} + \text{FeB} \rightarrow \text{Fe}_2\text{B}$ à l'interface 2
- $\text{B}_{(\text{diff})} + 2\text{Fe}_{(\text{surf})} \rightarrow \text{Fe}_2\text{B}$ à l'interface 3 [73]

Les augmentations d'épaisseur correspondantes sont $dv\text{Fe}_2$ et $dv\text{B}_3$. Toutefois, ces deux couches sont partiellement consommées à l'interface 2 par des réactions croisées, ce qui induit des diminutions d'épaisseur notées $du-$ et $dv-$.

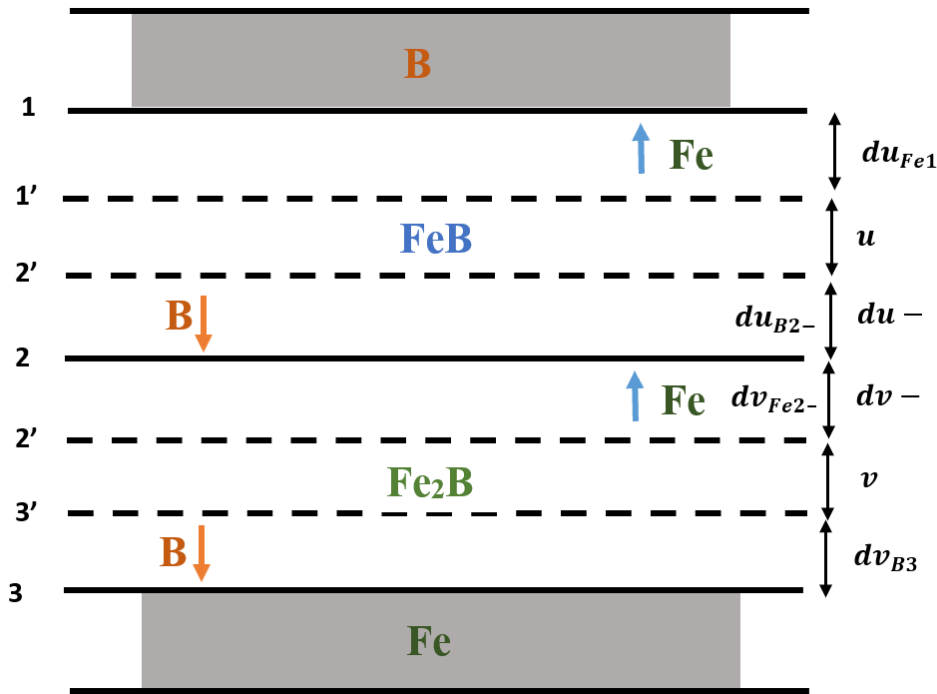


Figure III. 4 : Diagramme schématisant le processus de croissance des couches FeB et Fe₂B dans des conditions de contrôle de la réaction (chimique) [75].

À mesure que les couches s'épaississent, le régime de croissance évolue : le contrôle passe de la réaction chimique à la diffusion. Ce changement intervient lorsque l'épaisseur critique est atteinte, c'est-à-dire lorsque la vitesse de réaction devient équivalente à celle de la diffusion des réactifs. Au-delà de cette limite, la croissance est principalement dictée par la diffusion, qui devient alors le facteur limitant.

Ainsi :

- Lorsque la couche FeB atteint son épaisseur critique ($u_{\text{critique B}}$), l'apport en atomes de bore est interrompu, ce qui stoppe la croissance de Fe₂B par diffusion du bore.
- De même, lorsque Fe₂B atteint son épaisseur critique ($v_{\text{critique Fe}}$), la diffusion du fer cesse d'alimenter la couche FeB, qui arrête alors sa croissance.

Dans ce régime contrôlé par la diffusion, les deux couches ne peuvent croître qu'à leur interface commune (interface 2, voir Figure III.5). La couche FeB s'épaissit grâce à la diffusion des atomes

de bore réagissant avec Fe_2B , tandis que la couche Fe_2B croît par la diffusion des atomes de fer réagissant avec FeB [73].

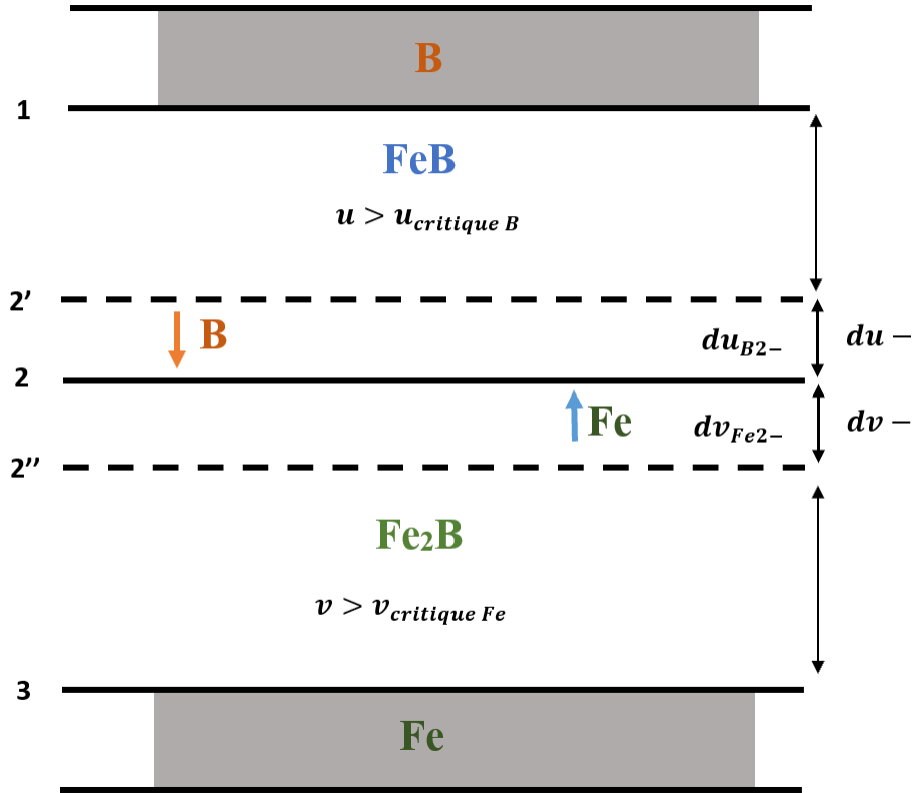


Figure III. 5 : Diagramme schématisant le processus de croissance des couches FeB et Fe_2B dans des conditions de contrôle de diffusion [75].

III.3.4 Cinétique de la croissance d'une seule couche Fe_2B

La cinétique de croissance des couches de composés chimiques est généralement décrite par une relation parabolique de la forme : $u^2 = 2k_1t$,

Où u représente l'épaisseur de la couche formée, k_1 la constante du taux de croissance, et t le temps de traitement.

L'expression du taux de croissance de la couche Fe_2B dépend de la diffusion des atomes de B et de la réaction chimique partielle subséquente (III.45) :

$$\frac{du}{dt} = \frac{k_{0Fe1}}{1 + \frac{k_{0Fe1}u}{k_{1Fe}}} + \frac{k_{0B2}}{1 + \frac{k_{0B2}u}{k_{1B2}}} \quad (0.23)$$

Dans le cas particulier où $k_{0Fe1} = k_{0B2} = k_0$ et $k_{lFe1} = k_{lB2} = k_l$, l'équation (III.45) est simplifiée en

$$\frac{du}{dt} = \frac{2k_0}{1 + \frac{k_0}{k_1}u} \quad (0.24) \text{ III.3.5 Cinétique de la}$$

croissance de deux couches Fe₂B et FeB

La cinétique de croissance des couches FeB et Fe₂B est décrit par un système de deux équations différentielles [80, 81]. La cinétique de croissance des couches de borure au stade diffusionnel de leur formation est décrite par un système de deux équations différentielles :

$$\frac{du}{dt} = \frac{k_B}{u} + -\frac{rg}{p} \frac{k_{Fe}}{v} \quad (0.25)$$

$$\frac{dv}{dt} = \frac{k_{Fe}}{v} - \frac{q}{sg} \frac{k_B}{u} \quad (0.26)$$

Où u : l'épaisseur de la couche externe de FeB,

v : l'épaisseur de la couche interne de Fe₂B,

k_B : la constante du taux de croissance de la couche FeB,

k_{Fe} : la constante du taux de croissance de la couche Fe₂B.

g est le rapport des volumes molaires des composés FeB et Fe₂B ;

$p = q = r = 1$ et $s = 2$ facteurs des formules chimiques de FeB et Fe₂B.

Les calculs ont montré que ce système offrait un bon ajustement aux données expérimentales obtenues avec du borure de fer et d'autres couches de composés.

III.3.5 Gain de masse dans le cas des couches biphasée

Le gain de masse pour les phases FeB et Fe₂B par unité de surface [94] peut être calculé à l'aide des équations suivantes données par les équations (III.55) et (III.56) :

$$G_{FeB} = \rho_{Fe_2B} w_2 t \frac{du}{dt} \quad (0.55)$$

$$G_{Fe_2B} = \rho_{Fe} t ((w_2 + w') \frac{du}{dt} + w_2 \frac{dl}{dt}) \quad (0.56)$$

$\rho_{Fe_2B} = 7,336 \text{ g/cm}^3$ et $\rho_{Fe} = 7,86 \text{ g/cm}^3$ est la densité de la couche de Fe₂B et la densité du fer.

$$\omega_1 = \frac{(C_{up}^{FeB} + C_{low}^{FeB})}{2} - C_{up}^{Fe_2B} \quad \omega_2 = \frac{(C_{up}^{Fe_2B} + C_{low}^{Fe_2B})}{2} - C_0 \quad \omega_{12} = \frac{(C_{up}^{Fe_2B} + C_{low}^{Fe_2B})}{2}$$

En supposant que les couches Fe_2B et FeB se forment instantanément. $G_{\text{FeB}}(t)$ et $G_{\text{Fe}_2\text{B}}(t)$ sont les valeurs de gain de masse par unité de surface (g/cm^2).

III.4 Conclusion

Ce chapitre a été consacré à la présentation et à l'analyse des différents modèles de diffusion appliqués à l'étude de la cinétique de croissance de la monocouche de Fe_2B ainsi que de la bicouche constituée de FeB et Fe_2B , formées lors du processus de boruration des alliages ferreux. Nous avons proposé des approches cinétiques les plus couramment utilisées dans la littérature scientifique, en nous appuyant sur des travaux de recherche récents et pertinents.

Les modèles étudiés à savoir le modèle simplifié, la méthode intégrale, et le modèle de Dybkov ont permis de formuler des équations mathématiques décrivant l'évolution de l'épaisseur des couches borurées en fonction de paramètres clés tels que le temps de traitement, la température de boruration, et la concentration en bore. Chacune de ces approches présente des avantages spécifiques en termes de précision, de complexité mathématique et de conditions d'application.

L'exploitation de ces modèles constitue une base essentielle pour la prédiction du comportement cinétique du système, et ouvre la voie à des études plus approfondies, notamment en ce qui concerne l'optimisation des paramètres du procédé ou l'intégration de méthodes numériques dans le cadre de simulations prédictives.

CHAPITRE IV

Modélisations des couches borurées biphasée des aciers

CHAPITRE IV Modélisations des couches borurées biphasée des aciers

IV.1 Introduction

La modélisation théorique de la diffusion du bore et de la cinétique de la boruration est un domaine crucial pour améliorer les traitements de surface des métaux. En particulier, la boruration, qui consiste en l'insertion d'atomes de bore dans un substrat métallique, permet de former des couches de borures (comme Fe_2B et FeB) qui renforcent les propriétés de résistance à l'usure et à la corrosion des matériaux.

Ce chapitre se consacre à l'analyse théorique des mécanismes de diffusion du bore et de la croissance des couches borurées. Nous commencerons par établir les bases théoriques nécessaires, en décrivant le système binaire fer-bore et les principes fondamentaux de la diffusion. Ensuite, nous développerons des modèles mathématiques pour deux scénarios distincts : la diffusion dans une couche monophasée de FeB et la diffusion dans un système biphasé $\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$. Ces modèles intègrent des équations différentielles basées sur les lois de Fick et tiennent compte des conditions initiales et aux limites spécifiques à chaque cas.

IV.2 Diffusion de FeB et Fe_2B

IV.2.1 Le système binaire Fe-B

Le système binaire fer-bore (Fe-B) est essentiel pour comprendre les mécanismes de boruration. Ce système présente plusieurs phases distinctes, principalement les borures de fer Fe_2B et FeB , qui se forment en fonction des conditions de température et de concentration en bore.

IV.2.2 Diagramme de phase

Le diagramme de phase du système illustre les différentes phases présentes en fonction de la température et de la concentration de bore. Ce diagramme est essentiel pour déterminer les conditions optimales de formation des différentes phases de borures. Les principales phases rencontrées dans le système Fe-B sont le fer (Fe), la phase Fe_2B et la phase FeB [23].

La Figure IV.1 présente une représentation schématique de la variation de la concentration de bore à une température donnée et sous un potentiel de bore élevé, permettant ainsi d'obtenir la configuration bicouche (FeB et Fe_2B).

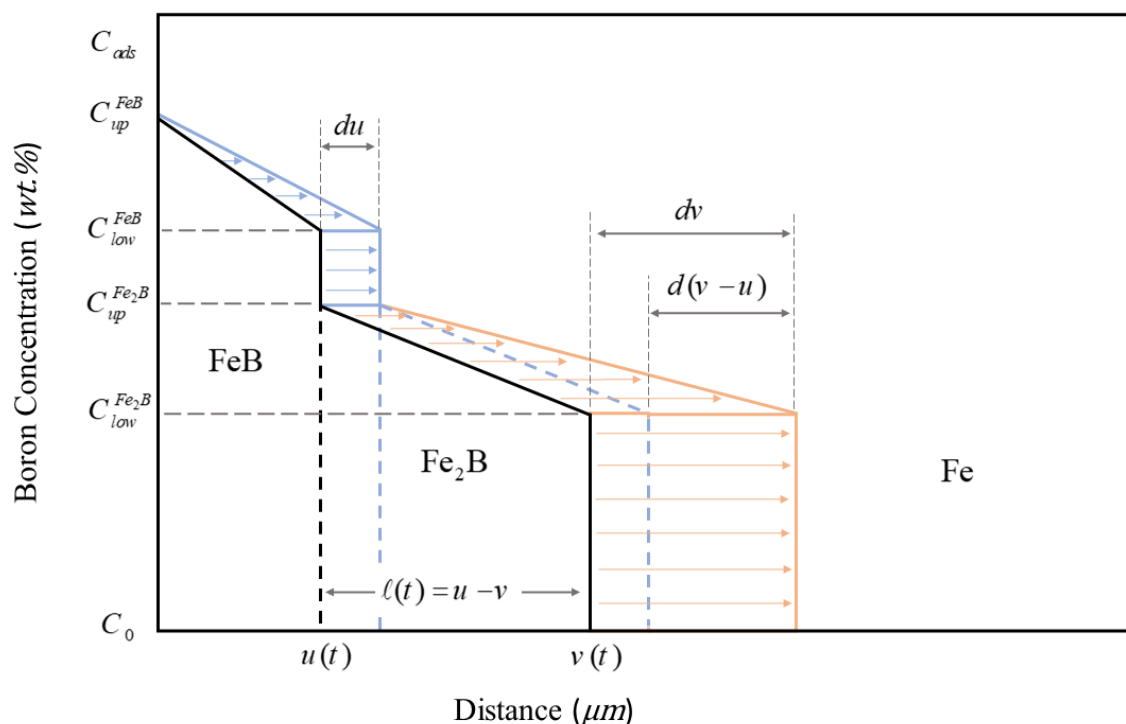


Figure IV. 1 : Profil schématique de la concentration de bore le long des couches FeB et Fe₂B.

IV.2.4 Modélisation Mathématique de diffusion du bore

L'étude de la cinétique de formation des couches de borures, notamment de type FeB et Fe₂B, sur le fer et les aciers, a suscité l'intérêt de nombreux chercheurs. Ces derniers ont proposé divers modèles afin de mieux comprendre et simuler les mécanismes de diffusion du bore lors du traitement par boruration.

Plusieurs approches ont été développées pour modéliser la cinétique de formation des couches de borure. Keddami et al. [82] ont proposé un modèle de diffusion intégrale permettant d'estimer les coefficients de diffusion du bore. D'autres travaux, comme ceux de Campos, Mebarek et al [83, 84], ont intégré l'intelligence artificielle, la logique floue et les SVM pour améliorer la précision des prédictions en tenant compte des incertitudes expérimentales.

La majorité des modèles de boruration repose sur des hypothèses simplificatrices : diffusion unidirectionnelle du bore, température constante, et concentration de surface stable. Ils considèrent également une croissance parabolique de la couche et négligent la diffusion du fer. Bien que ces hypothèses facilitent la modélisation, elles limitent la précision en conditions non idéalisées.

Deux approches principales sont abordées dans ce chapitre : un modèle de diffusion simple et un modèle basé sur la méthode intégrale. Le modèle simple fournit un cadre de base pour comprendre la cinétique de diffusion du bore, tandis que la méthode intégrale offre une analyse plus raffinée en incorporant les non-linéarités dans le profil de concentration du bore.

IV.2.4.1 Hypothèses

Les deux modèles présentés dans ce chapitre reposent sur plusieurs hypothèses clés pour simplifier le processus complexe de diffusion du bore :

- La concentration de bore à la surface du matériau reste constante tout au long du processus.
- Le flux d'atomes de bore est perpendiculaire à la surface du matériau.
- La température de l'échantillon est constante pendant le processus de boruration.
- La diffusion du fer est négligeable par rapport à la diffusion du bore.

Les équations dérivées de ces hypothèses fournissent une base pour simuler la croissance des couches de borure dans différents aciers. En appliquant ces modèles, il est possible d'estimer l'épaisseur des couches FeB et Fe₂B ainsi que le profil global de concentration de bore dans le matériau.

IV.2.4.2 Modèle mathématique simple de la diffusion

En se basant sur la seconde loi de Fick et la résolution des équations de bilan de masse à l'interface (FeB/ Fe₂B), un modèle de diffusion a été développé pour simuler la cinétique de la boruration dans une configuration bicouche (FeB/ Fe₂B) formée sur l'acier AISI D2. Pour résoudre un problème de diffusion du bore, il est nécessaire de disposer de données cinétiques et thermodynamiques. À partir du diagramme de phase Fe-B, nous notons l'existence des phases suivantes : α -Fe pour les températures $T \leq 912^\circ\text{C}$, γ -Fe, FeB et Fe₂B.

De plus, il est important de noter que la solubilité du bore dans la phase γ -Fe est extrêmement faible à des températures élevées ($T \geq 1184,6 \text{ K}$). La diffusion du bore dans la matrice de fer peut être décrite par la seconde loi de Fick, qui s'exprime comme suit :

$$\frac{\partial C_i}{\partial t} = D_i \frac{\partial^2 C_i(x, t)}{\partial x^2} \quad (\text{IV.1})$$

Où :

- $C_i(x, t)$ représente la concentration en bore à une profondeur x après un temps t de diffusion.
- D_i est le coefficient de diffusion du bore dans la phase i , avec $i = (\text{FeB}, \text{Fe}_2\text{B} \text{ or } \text{Fe})$.

Pour calculer le déplacement des interfaces ($\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$) et ($\text{Fe}_2\text{B}/\text{Fe}$), les équations de bilan de masse suivantes sont utilisées :

$$\left(\frac{1}{2}(C_s - C^{\text{Fe}/\text{Fe}_2\text{B}}) + \Delta C_1\right) \frac{d\lambda_1}{dt} = (\Delta j_a)_{x=\lambda_1} \quad (\text{IV.2})$$

$$\left(\frac{1}{2}\Delta C_2 + \Delta C_3\right) \frac{d\lambda_2}{dt} + \frac{\Delta C_2}{2} \cdot \frac{d\lambda_2}{dt} = (\Delta j_b)_{x=\lambda_2} \quad (\text{IV.3})$$

Où :

$$\Delta C_1 = C^{\text{Fe}_2\text{B}/\text{FeB}} - C^{\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}},$$

$$\Delta C_2 = C^{\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}} - C^{\text{Fe}/\text{Fe}_2\text{B}},$$

$$\Delta C_3 = C^{\text{Fe}/\text{Fe}_2\text{B}} - C^{\text{Fe}_2\text{B}/\text{Fe}}$$

$$\Delta j_a = J_1 - J_2, \Delta j_b = J_3 - J_2 \text{ with } (1=\text{FeB}, 2=\text{Fe}_2\text{B}, 3=\text{Fe})$$

Le flux J_i des atomes de bore dans la phase i à une profondeur x , qui est lié au gradient de concentration, est donné par l'équation suivante :

$$J_i = -D_i \left(\frac{\partial C_i(x, t)}{\partial x} \right) \quad (\text{IV.4})$$

Avec $i = (\text{FeB}, \text{Fe}_2\text{B}, \text{Fe})$ et D_i le coefficient de diffusion du bore associé.

L'épaisseur de la couche borurée est donnée par l'équation suivante :

$$\lambda_i = k_i \sqrt{t} \quad (\text{IV.5})$$

k_i est la constante du taux de croissance dépendante de la température pour la phase i avec ($i = \text{FeB}, \text{Fe}_2\text{B}$). Les constantes du taux de croissance k_{FeB} et $k_{\text{Fe}_2\text{B}}$ peuvent être calculées par la résolution des équations non linéaires à l'aide de la méthode numérique de Newton-Raphson.

La concentration en bore dans la matrice de fer pendant la boruration est donnée par l'équation suivante. Cette formule représente une solution générale de la seconde loi de Fick :

$$C_i(x, t) = a_i + b_i \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_i t}}\right) \quad (\text{IV.6})$$

Où : $C_i(x, t)$ est la concentration en bore dans la matrice de fer en fonction du temps et de la distance de diffusion x où i désigne la phase de fer. erf est une fonction d'erreur gaussienne. a_i et b_i sont des constantes à déterminer en fonction des conditions initiales et aux limites.

Condition initiale :

Pour $t = 0$ et $x > 0$, $C(x, 0) = 0$

Condition aux limites (pour $t > 0$) :

Pour $x=0$:

$$C_{FeB}(0, t) = C_B^{S/FeB} \text{ (La concentration de bore à la surface).}$$

À l'interface (FeB/ Fe₂B) :

Pour $x = \lambda_{FeB}$:

$$C_{FeB}(\lambda_{FeB}, t) = C_B^{Fe_2B/FeB} \quad C_{Fe_2B}(\lambda_{FeB}, t) = C_B^{FeB/Fe_2B}$$

À l'interface (Fe₂B/Fe) : Pour $x=\lambda_{Fe_2B}$:

$$C_{Fe_2B}(\lambda_{Fe_2B}, t) = C_B^{Fe/Fe_2B} \quad C_{Fe}(\lambda_{Fe_2B}, t) = C_B^{Fe_2B/Fe}$$

Pour $x = \infty$:

$$C_{Fe}(\infty, t) = 0$$

Pour notre simulation, nous avons utilisé les données d'entrée suivantes : le coefficient de diffusion dans chaque phase, la concentration de bore à la surface, et les concentrations de bore aux interfaces considérées.

Les coefficients de diffusion du bore dans les borures de fer et dans la phase Fe ont été pris des références [2, 20] et sont donnés par les expressions suivantes :

$$D_B^{FeB} = 1,7151 \times 10^{-4} \exp \left(-\frac{187,24 \times 10^3}{RT} \right) \quad (IV.7)$$

$$D_B^{Fe_2B} = 8,6579 \times 10^{-5} \exp \left(-\frac{177,39 \times 10^3}{RT} \right) \quad (IV.8)$$

Pour $1184,6 \text{ K} \leq T \leq 1273 \text{ K}$:

$$D_B^{\gamma-Fe} = 4,4 \times 10^{-8} \exp \left(-\frac{81,5 \times 10^3}{RT} \right) \quad (IV.9)$$

Pour $T < 1184,6 \text{ K}$:

$$D_B^{\alpha-Fe} = 8,3 \times 10^{-9} \exp \left(-\frac{62,7 \times 10^3}{RT} \right) \quad (IV.10)$$

Avec $R=8,32 \text{ J/mol K}$, λ : l'épaisseur de la couche borurée

La valeur de la concentration de bore à la surface utilisée dans la simulation est $C_s = 16,48 \text{ (wt\%)}$. Pour les deux interfaces (FeB/ Fe₂B) et (Fe₂B /Fe), nous avons utilisé les valeurs tirées de la littérature [82], qui sont les suivantes :

$C_B^{Fe_2B/FeB} = 16,23 \text{ wt. \%}$	$C_B^{FeB/Fe_2B} = 16,23 \text{ wt. \%}$
$C_B^{Fe/Fe_2B} = 8,83 \text{ wt. \%}$	$C_B^{Fe_2BB/Fe} = 35 \times 10^{-4} \text{ wt. \%}$

IV.2.4.2 Modèle de Diffusion Basé sur la Méthode Intégrale

La méthode intégrale améliore le modèle simple en résolvant les équations de bilan de masse aux interfaces des couches de borure. Cette méthode tient compte de la variation non linéaire de la concentration de bore à travers les couches FeB et Fe₂B, fournissant une prédiction plus précise de la croissance des couches.

Cette méthode prend en compte la non-linéarité de la diffusion du bore, la variation des taux de croissance entre les couches FeB et Fe₂B, ainsi que l'influence de la température sur ces processus. En intégrant ces facteurs, la méthode intégrale offre une compréhension plus détaillée de la cinétique de la boruration, en faisant un outil précieux pour prédire le comportement des couches de borure dans différentes conditions de traitement.

Dans cette méthode, la variation de la concentration de bore en fonction du temps et de la profondeur de diffusion dans chaque couche de borure n'est pas linéaire et satisfait la seconde loi de Fick donnée par l'équation (IV.1).

Les conditions initiales sont présentées dans le chapitre précédent.

Les expressions mathématiques des concentrations de bore dans chaque phase sont essentielles pour appliquer cette approche, où elles sont considérées sous une forme parabolique, comme suggéré par la méthode de Goodman [18, 19]. Par conséquent, les concentrations de bore le long des couches FeB ($0 \leq x \leq u$) et Fe₂B ($u \leq x \leq v$) sont données respectivement par les équations (IV.11) et (IV.12) comme suit :

$$C_{FeB}(x, t) = C_{low}^{FeB} + a_1(t)(u(t) - x) + b_1(t)(u(t) - x)^2 \quad (IV.11)$$

$$C_{Fe_2B}(x, t) = C_{low}^{Fe_2B} + a_2(t)(v(t) - x) + b_2(t)(v(t) - x)^2 \quad (IV.12)$$

Les valeurs de C_{up}^{FeB} et C_{low}^{FeB} (soit 16,23 % en poids de bore) représentent les niveaux de bore supérieur et inférieur dans la couche FeB. $C_{up}^{Fe_2B}$ et $C_{low}^{Fe_2B}$ (soit 8,83 % en poids de bore) représentent les niveaux de bore supérieur et inférieur dans la couche Fe₂B. C_0 est la limite de solubilité du bore dans le substrat, pour laquelle nous attribuons une valeur de 35×10^{-4} % en poids de bore.

u et v sont respectivement les épaisseurs des couches FeB et Fe₂B, qui varient avec le temps de traitement selon les équations suivantes :

$$u(t) = k_{FeB} t^{1/2} \quad (IV.13)$$

$$v(t) = k_{Fe_2B} t^{1/2} \quad (IV.14)$$

Les paramètres $a_1(t), b_1(t), a_2(t), b_2(t), u(t)$ et $v(t)$ doivent satisfaire les conditions aux limites. Ainsi, en appliquant ces conditions à la surface et à l'interface (FeB/ Fe₂B), nous obtenons respectivement les équations suivants (IV.15) et (IV.16) :

$$a_1(t)u(t) + b_1(t)u^2(t) = (C_{up}^{FeB} - C_{low}^{FeB}) \quad (IV.15)$$

$$a_2(t)[v(t) - u(t)] + b_1(t)[v(t) - u(t)]^2 = (C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B}) \quad (IV.16)$$

En intégrant la seconde loi de Fick entre 0 et u pour la phase FeB, et entre u et v pour la phase Fe₂B, puis en appliquant la règle de Leibniz, nous obtenons les équations différentielles ordinaires suivantes (IV.17) et (IV.18) :

$$\frac{d}{dt} \left[\frac{u^2(t)}{2} a_1(t) + \frac{u^3(t)}{3} b_1(t) = 2D_B^{FeB} b_1(t) u(t) \right] \quad (IV.17)$$

$$\begin{aligned} 2 w_{12} \frac{dv(t)}{dt} + \frac{[v(t) - u(t)]^2}{2} \frac{da_2(t)}{dt} + \frac{[v(t) - u(t)]^3}{3} \frac{db_2(t)}{dt} \\ = 2D_B^{Fe_2B} b_2(t) [v(t) - u(t)] \end{aligned} \quad (IV.18)$$

Les deux contraintes algébriques appliquées à ce problème de diffusion peuvent être dérivées (équations (IV.19) et (IV.20)) à partir de l'équation de continuité à l'interface (Fe₂B /substrat) comme suit :

$$\begin{aligned} 2 w_1 b_1(t) D_B^{FeB} \\ = D_B^{FeB} a_1^2(t) - D_B^{Fe_2B} a_1(t) (a_2(t) + 2b_2(t) [v(t) - u(t)]) \end{aligned} \quad (IV.19)$$

$$\text{avec } w_1 = \left[\frac{(C_{up}^{FeB} + C_{low}^{FeB})}{2} - C_{up}^{Fe_2B} \right]$$

$$2 w_{12} b_1(t) D_B^{FeB} a_2(t) + 2 w_2 b_2(t) D_B^{Fe_2B} a_1(t) = D_B^{Fe_2B} a_2^2(t) a_1(t) \quad (IV.20)$$

$$\text{avec } w_2 = \left[\frac{(C_{up}^{Fe_2B} + C_{low}^{Fe_2B})}{2} - C_0 \right] \text{ and } w_{12} = \frac{(C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B})}{2}$$

Les équations (IV.15) à (IV.20) forment un système d'équations différentiels-algébriques (DAE) dont les inconnues sont $a_1(t), b_1(t), a_2(t), b_2(t), u(t)$ et $v(t)$ et doivent respecter les contraintes algébriques données. Ce système (DAE) peut donc être résolu analytiquement en utilisant l'équation pour la variation de l'épaisseur de la couche de borure dans chaque phase. Pour déterminer les coefficients de diffusion du bore dans chaque phase (FeB et Fe₂B), les changements de variables suivants sont effectués :

$a_1(t) \rightarrow \frac{\alpha_1}{u(t)}$	$b_1(t) \rightarrow \frac{\beta_1}{u(t)^2}$
$a_2(t) \rightarrow \frac{\alpha_2}{[v(t) - u(t)]}$	$b_2(t) \rightarrow \frac{\beta_2}{[v(t) - u(t)]^2}$

Où les constantes α_1 , α_2 , β_1 et β_2 doivent satisfaire les conditions aux limites. Ainsi, l'expression des coefficients de diffusion du bore dans les phases FeB et Fe₂B est calculée comme suit :

$$D_B^{FeB} = (k_{FeB})^2 \left[\frac{(C_{up}^{FeB} - C_{low}^{FeB})}{8\beta_1} - \frac{1}{24} \right] \quad \text{for } \beta_1 < 3 (C_{up}^{FeB} - C_{low}^{FeB}) \quad (IV.21)$$

$$D_B^{Fe_2B} = \frac{k_{Fe_2B}(k_{Fe_2B} - k_{FeB})(C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B})}{4\beta_2} - (k_{Fe_2B} - k_{FeB})^2 \left[\frac{(C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B})}{8\beta_1} - \frac{1}{24} \right] \quad (IV.22)$$

Après avoir déterminé la diffusivité du bore dans chaque phase, l'épaisseur $u(t)$ et $v(t)$ de la couche de borure peuvent être calculées pour un temps et une température donnée. Les relations entre les constantes α_1 et β_1 , et entre α_2 et β_2 sont données respectivement par :

$$\alpha_1 + \beta_1 = (C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{FeB}) \quad (IV.23)$$

$$\alpha_2 + \beta_2 = (C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B}) \quad (IV.24)$$

Pour déterminer la valeur de la diffusion du bore dans chaque phase, il est crucial de calculer la valeur de β_2 à partir de β_1 en utilisant l'équation suivante :

$$(\alpha_1^2 - 2 W_1 \beta_1)(\alpha_2^2 - 2 W_2 \beta_2) = 2 W_{12} \beta_1 \alpha_2 (2 W_{12} + \beta_2) \quad (IV.25)$$

Cette équation relie les paramètres de diffusion entre les couches FeB et Fe₂B est essentielle pour déterminer la diffusivité du bore dans chaque phase. La résolution de cette équation permet de calculer précisément les coefficients de diffusion, qui sont ensuite utilisés pour modéliser la croissance des couches de borure en fonction du temps et des conditions de traitement.

En déterminant β_2 à partir de β_1 , il devient possible de calculer les coefficients de diffusion du bore dans les phases FeB et Fe₂B de manière cohérente, en tenant compte des interactions complexes entre les deux couches de borure. Cela permet une modélisation plus précise de la cinétique de croissance des couches de borure, essentielle pour optimiser le processus de boruration dans des applications industrielles.

IV.4 Conclusion

Ce chapitre a exploré la modélisation théorique et expérimentale de la diffusion du bore ainsi que la cinétique de croissance des couches de borures biphasées, en mettant l'accent sur les phases FeB et Fe₂B dans les aciers. Deux approches de modélisation ont été proposées pour le cas des couches biphasées : un modèle de diffusion de base permettant d'estimer la croissance des couches borurées, et une méthode intégrale prenant en compte les effets non linéaires de la diffusion. Ces modèles ont été utilisés pour simuler la cinétique de croissance des couches de borures dans différentes conditions de traitement thermique, offrant ainsi des outils prédictifs utiles pour l'optimisation du processus de boruration.

CHAPITRE V

Simulations, Résultats et discussion

CHAPITRE V

Simulations, Résultats et discussion

V.1 INTRODUCTION

Dans ce dernier chapitre, nous présentons une simulation de la cinétique de boruration appliquée à deux aciers, en utilisant les modèles adaptés et proposés dans le chapitre précédent. Ce chapitre est structuré en deux parties : la première est consacrée à l'acier AISI D2, pour lequel l'épaisseur moyenne des couches borurées a été calculée à l'aide du modèle simplifié. Ce modèle a permis d'estimer la concentration de bore en surface, de déterminer la répartition du bore dans chaque phase (FeB et Fe₂B) et de calculer le gain massique en bore. La seconde partie traite de l'acier AISI H13, où deux modèles, le modèle simplifié et la méthode intégrale ont été utilisés pour prédire le coefficient de diffusion du bore en surface et analyser son comportement cinétique sous différentes conditions de traitement.

Une étude comparative a été menée entre les deux aciers afin de déterminer quel modèle est le meilleur parmi les deux modèles utilisés dans l'étude, ce qui nous rapproche des résultats expérimentaux.

V.2 Partie 1 - Simulation de la cinétique de boruration de l'acier AISI D2

V.2.1 Validation expérimentale du modèle simple

La validation du modèle présenté est basée sur les données expérimentales fournies par Campos et al. [85]. Dans leur travail expérimental, l'acier AISI D2 a été utilisé comme un substrat pour la boruration, et sa composition chimique est présentée dans le Tableau V.1.

Tableau V. 1 : Composition chimique de l'acier utilisé (% en masse)

% C	% Si	% Mn	% Cr	% Mo	% V
1,40 -1,60	0,10-0,60	0,10-0,60	11,0-13,0	0,70-1,20	0,50-1,10

Les couches de borures ont été formées par la technique de boruration en poudre dans une plage de température allant de 950°C à 1000°C, pour différentes durées de traitement.

L'épaisseur déterminée dans leurs expériences pour les couches borurées était la moyenne de plusieurs mesures effectuées à divers points sur les échantillons traités.

V.2.2 Résultats et discussion

Un code informatique a été programmé en C++ pour simuler la cinétique de la boruration. Les résultats du programme incluent la constante du taux de croissance pour chaque phase, l'épaisseur de la couche de borure et la concentration de bore dans chaque phase (Fe_2B , FeB , et Fe).

Les données collectées dans la section précédente ont été utilisées comme données d'entrée pour la simulation informatique. Les données cinétiques et les énergies d'activation du bore pour FeB et Fe_2B dans l'acier AISI D2 ont été tirées de la référence [82]. Les coefficients de diffusion du bore dans les phases $\alpha\text{-Fe}$ et $\gamma\text{-Fe}$ ont été trouvés dans la référence [86].

V.2.2.1 Calcul de la constante de taux de croissance

La Figure V.1 décrit la dépendance de la constante du taux de croissance à chaque interface pendant la croissance de la bicouche ($\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$) sur l'acier AISI D2 dans la plage de températures de 950°C à 1000°C .

Selon la Figure V.1, la constante du taux de croissance dans chaque phase (FeB et Fe_2B) suit une loi exponentielle en fonction de la température de boruration. Un bon accord est noté entre les données expérimentales et la simulation.

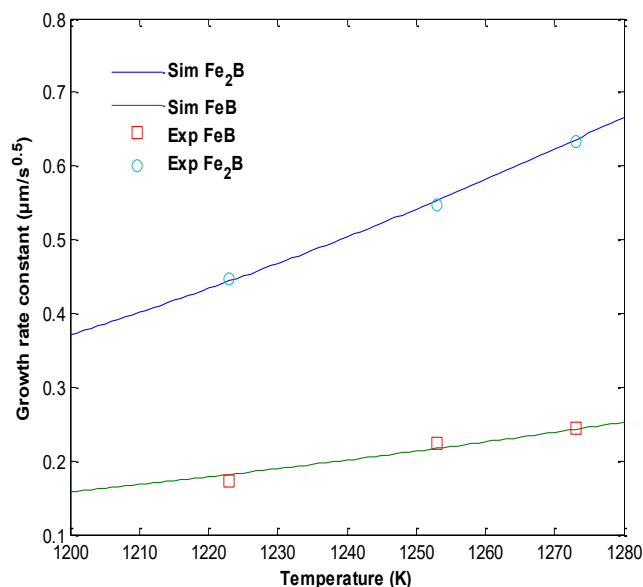


Figure V. 1 : Variation de la constante du taux de croissance dans chaque phase en fonction de la température de boruration[85].

V.2.2.2 Épaisseur de la couche borurée

Les figures V.2 et V.3 montrent l'évolution du carré de l'épaisseur des couches de FeB et Fe₂B formées à la surface de l'acier AISI D2 en fonction du temps de traitement.

À première vue, on peut observer que l'épaisseur de la couche borurée se développe selon la loi parabolique, et les courbes simulées coïncident avec les données expérimentales.

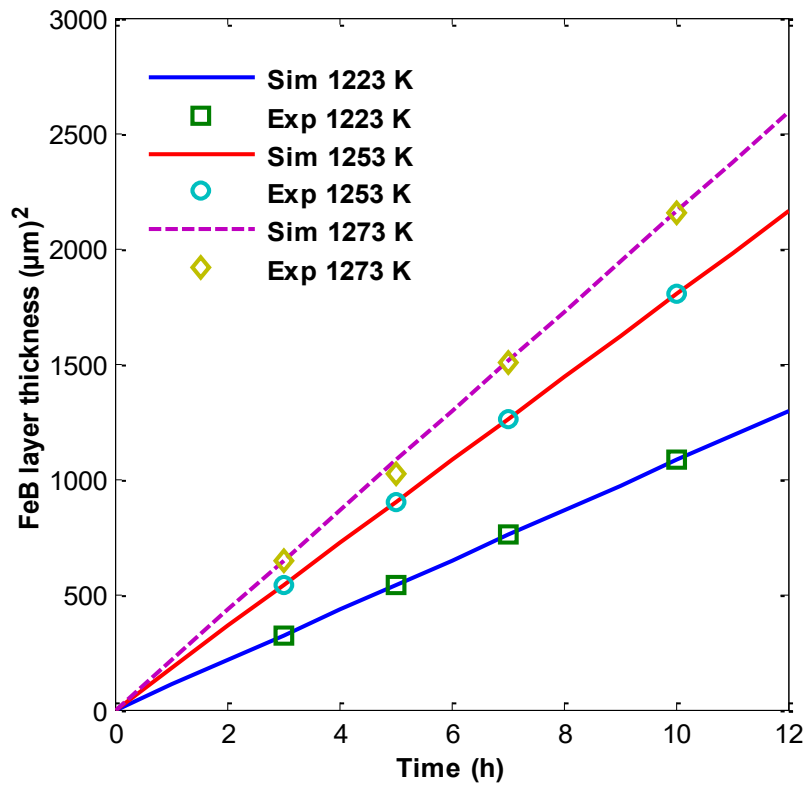


Figure V. 2 : Évolution du carré de l'épaisseur de la couche FeB en fonction du temps de traitement [85].

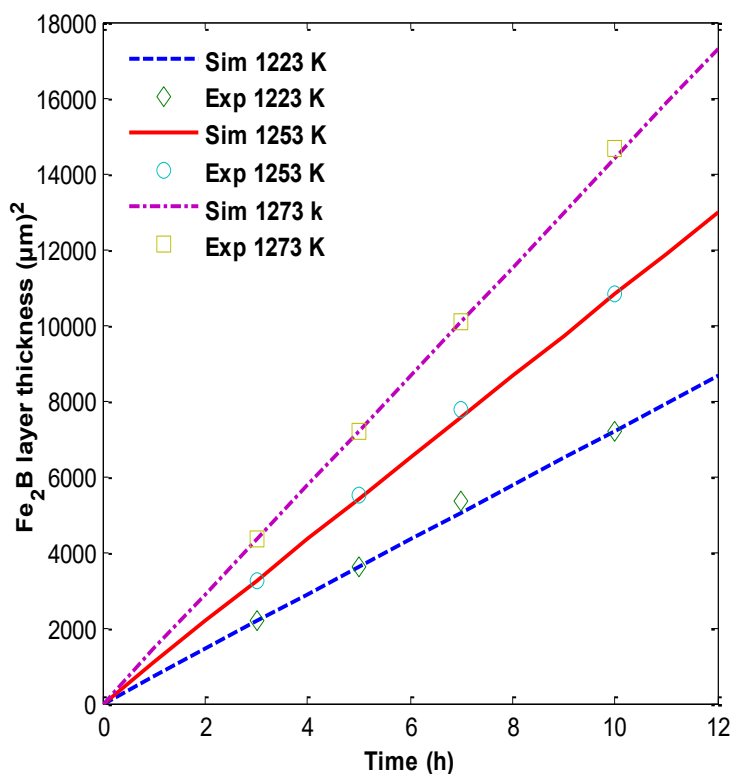


Figure V. 3 : Évolution du carré de l'épaisseur de la couche Fe_2B en fonction du temps de traitement [85].

V.2.2.3 Effet de la concentration de bore sur l'épaisseur de la couche borurée

Nous calculons la constante du taux de croissance en faisant varier la concentration de bore à la surface. La cinétique de croissance de la couche borurée dans chaque phase dépend de la concentration de bore à la surface et de la température du traitement. On remarque que l'augmentation de la température du processus active la diffusion du bore. La figures V.4 illustre la variation de la constante du taux de croissance en fonction de la concentration de bore à la surface. Selon ces résultats, la constante du taux de croissance dans chaque phase dépend de la concentration de bore et de la température de boruration. Dans le cas de la couche FeB , on observe que la constante du taux de croissance augmente avec l'augmentation de la température et de la concentration de bore à la surface. Pour la couche Fe_2B , on remarque que l'épaisseur de la couche diminue avec l'augmentation de la température et de la concentration de bore à la surface. Cela s'explique par le fait que l'augmentation de l'épaisseur de la couche FeB correspond à une diminution de l'épaisseur de la couche Fe_2B .

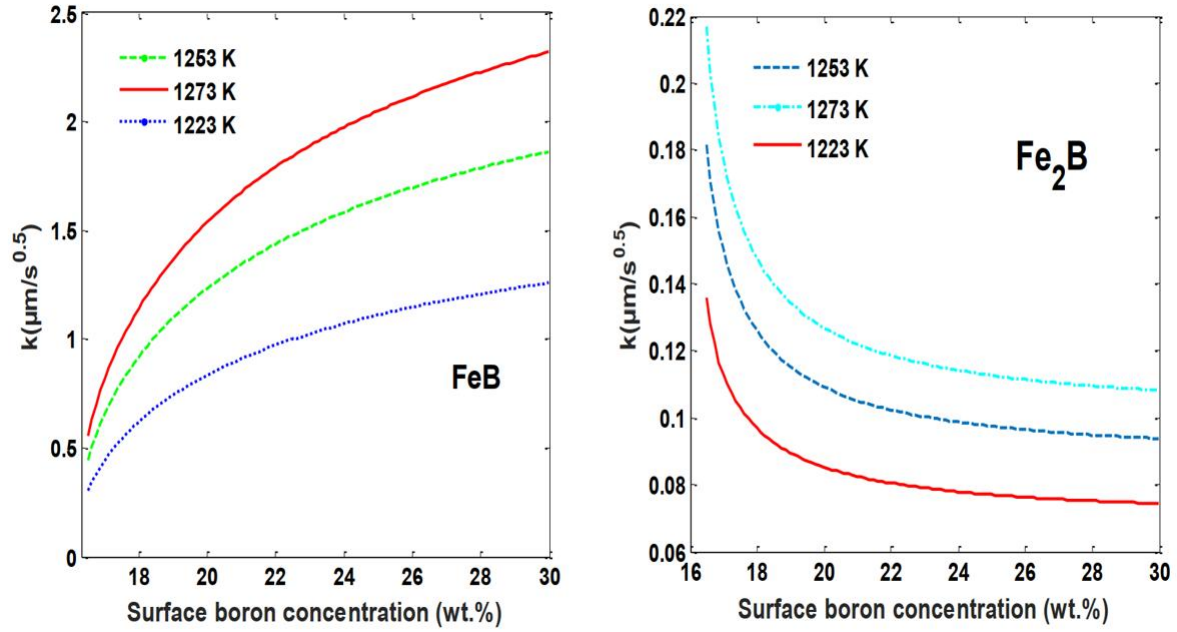


Figure V. 4 : Constante du taux de croissance en fonction de la température et de la concentration du bore en surface pour les deux couches FeB et Fe_2B .

V.2.2.4 Concentration de bore pour chaque phase

Le programme de simulation informatique développé nous permet de suivre la distribution du bore à travers chaque couche de borure.

Pour calculer la concentration en bore dans les phases Fe_2B et FeB , nous avons utilisé les équations suivantes en tenant compte des conditions initiales et limites :

for $0 \leq x \leq u$.

$$C_{\text{FeB}}(x, t) = C_{\text{up}}^{\text{FeB}} + \frac{C_{\text{low}}^{\text{FeB}} - C_{\text{up}}^{\text{FeB}}}{\text{erf}\left(\frac{u}{2\sqrt{D_B^{\text{FeB}}t}}\right)} \times \text{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_B^{\text{FeB}}t}}\right) \quad (\text{V.I})$$

for $u \leq x \leq v$.

$$C_{\text{Fe}_2\text{B}}(x, t) = C_{\text{up}}^{\text{Fe}_2\text{B}} + \frac{C_{\text{low}}^{\text{Fe}_2\text{B}} - C_{\text{up}}^{\text{Fe}_2\text{B}}}{\text{erf}\left(\frac{u}{2\sqrt{D_B^{\text{Fe}_2\text{B}}t}}\right) - \text{erf}\left(\frac{v}{2\sqrt{D_B^{\text{Fe}_2\text{B}}t}}\right)} \times \left[\text{erf}\left(\frac{u}{2\sqrt{D_B^{\text{Fe}_2\text{B}}t}}\right) - \text{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_B^{\text{Fe}_2\text{B}}t}}\right) \right] \quad (\text{V.II})$$

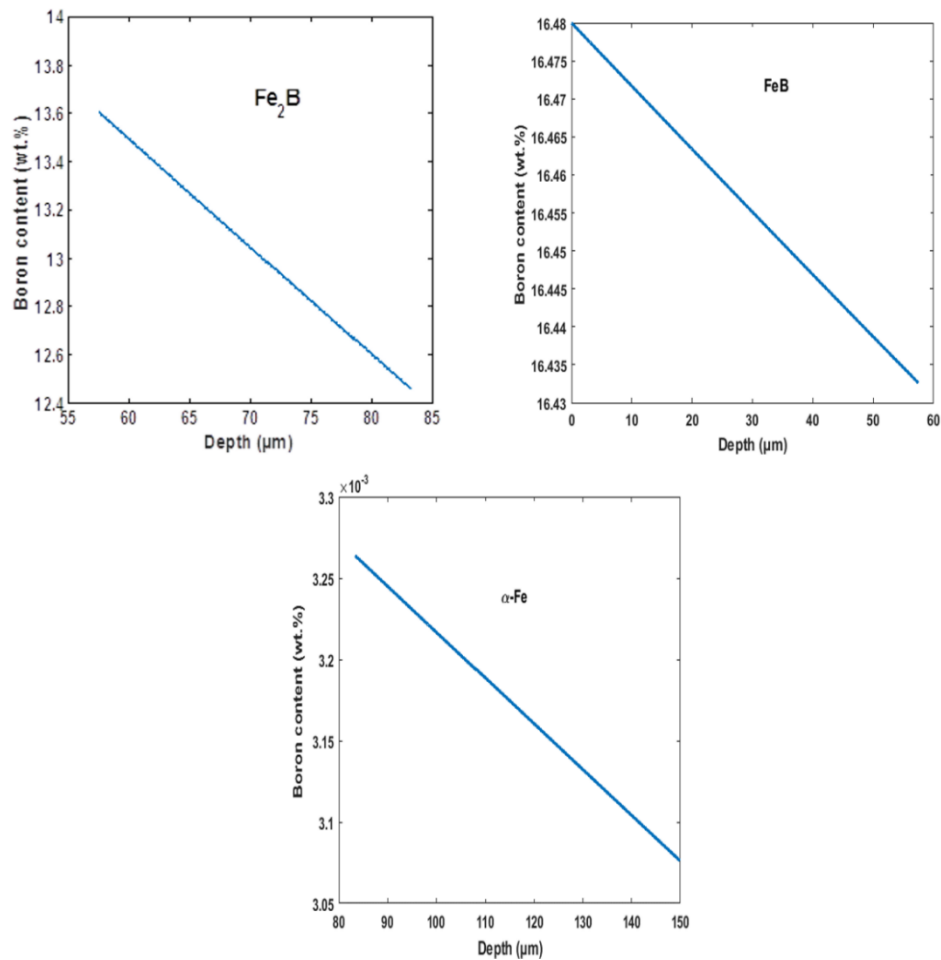


Figure V. 5 : Concentration de bore dans la phase FeB, Fe₂B et αFe pour
T = 900°C et concentration superficielle de bore de 16,48 wt.%.

La figure V.5 montre la variation de la concentration de bore dans différentes phases : FeB, Fe₂B et Fe. La concentration de bore diminue progressivement en fonction de la profondeur de pénétration.

En conclusion, la température et la durée du traitement jouent un rôle important dans l'estimation de la cinétique de la boruration. D'après la simulation, nous avons déduit que la concentration de bore et la composition chimique du métal influencent la qualité de la couche borurée.

Pour estimer le gain de masse, nous avons utilisé les équations (V.3) et (V.4). Le calcul est basé sur l'hypothèse que la couche de FeB et Fe₂B se forme instantanément et recouvre immédiatement la surface de l'échantillon.

$$G(t)_{FeB} = \frac{2p(C_B^{S/FeB} - C_B^{FeB/Fe_2B})}{\operatorname{erf}\left(\frac{k_{FeB}}{2\sqrt{D_B^{FeB}}}\right)} \sqrt{\frac{D_B^{FeB} t}{\pi}} \quad (V.2)$$

L'estimation du gain de masse associé à la phase Fe_2B est effectuée en utilisant l'équation suivante :

$$G(t)_{Fe_2B} = \frac{2p(C_B^{Fe_2B/Fe} - C_B^{Fe_2B/FeB})}{\operatorname{erf}\left(\frac{k_{FeB}}{2\sqrt{D_B^{Fe_2B}}}\right) - \operatorname{erf}\left(\frac{k_{Fe_2B}}{2\sqrt{D_B^{Fe_2B}}}\right)} \sqrt{\frac{D_B^{Fe_2B} t}{\pi}} \quad (V.3)$$

Avec :

- G_{FeB} et G_{Fe_2B} sont les gains de masse par unité de surface pour les phases FeB et Fe_2B .
- ρ est le volume spécifique du fer pur ($= 7,86 \text{ g.cm}^{-3}$).

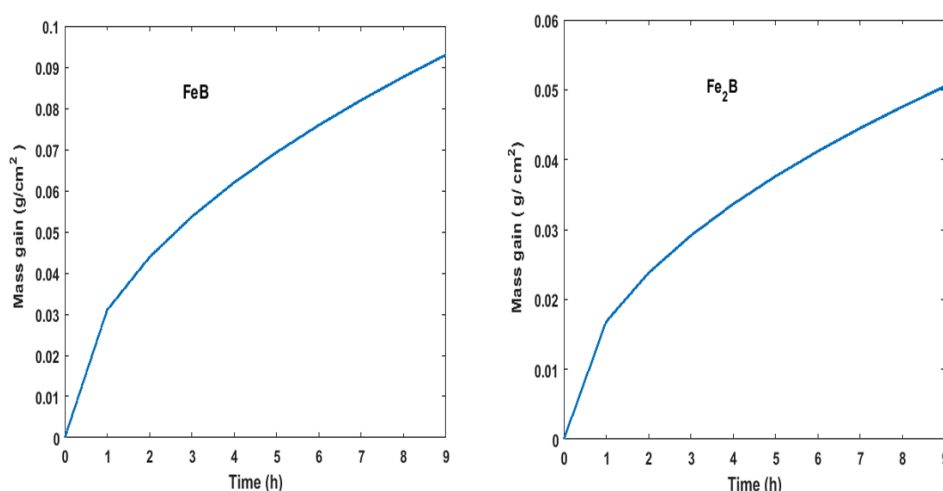


Figure V. 6 : Gain de masse dans la phase FeB et la phase Fe_2B calculé à $T = 900^\circ\text{C}$ avec une concentration superficielle de bore de 16,48 wt.%.

La figure V.6 illustre la variation du gain de masse dans les phases FeB et Fe_2B ; le gain de masse généré par le processus de boruration sur l'acier AISI D2 suit une loi parabolique. On constate que les valeurs calculées du gain de masse à la surface du matériau sont affectées par la variation de la durée pour une température de boruration donnée.

Le gain de masse associé à la formation de chaque couche de borure augmente significativement avec la température du processus, en raison de la forte mobilité du bore dans chaque couche.

V.3 Partie 2 - Simulation de la cinétique de boruration de l'acier AISI H13

V.3.1 Procédure expérimentale du modèle Intégrale

Le boruration de l'acier AISI H13 a été réalisé avec la technique de poudre utilisant (90 % en poids de B_4C et 10 % en poids de $NaBF_4$), à trois températures : 800°C, 900°C et 1000°C, chacune pendant 2, 4 et 6 heures [87]. Le processus de boruration a été réalisé dans un four à résistance électrique. La composition chimique de l'acier utilisé pour la boruration présentée au Tableau V.2.

Tableau V. 2 : Composition chimique de l'acier utilisé (% en masse)[87].

Elements	C	Mn	Si	V	Mo	Cr
(wt %)	0,45	0,35	1	1.1	1,65	5,25

Les échantillons ont été borurés en faisant varier le temps de traitement et la température, la plage de température allant de 800°C à 1000°C sur une durée de 2 à 6 heures. Lors de la boruration avec des poudres, les pièces sont placées dans un creuset rempli de poudre et introduites dans le four à résistance. Juste avant le traitement, tous les échantillons ont subi un prétraitement de surface (préparation) avec des éléments abrasifs pour éliminer toute contamination susceptible d'interférer avec la diffusion du bore pendant les expériences.

L'épaisseur des couches de borures (FeB et Fe_2B) résultantes a été mesurée en utilisant la méthode proposée par Yu et al. [88]. Pour garantir l'exactitude des mesures d'épaisseur de la couche, une moyenne de 10 mesures a été effectuée sur différents points des sections transversales des échantillons borurés [88].

Yu et al. [88] ont proposé de calculer l'épaisseur de la couche de borure (d) en utilisant la surface de la couche de borure (A) qui inclut la surface de tous les doigts, et de la diviser par la longueur de la couche de borure (L), comme indiqué dans l'équation (V.5) :

$$d = \frac{A}{L} \quad (V.5)$$

Le Tableau V.3 présente les valeurs expérimentales obtenues [87] concernant les valeurs expérimentales des constantes de croissance parabolique aux interfaces (FeB/Fe_2B) et (Fe_2B /substrat) pour des températures croissantes allant de 900 à 1000°C. Ces valeurs ont été

extraites en ajustant les données expérimentales en utilisant les équations (V.6) et (V.7), sans inclure les temps d'incubation des borures [87].

$$u = k_{FeB} t^{1/2} \quad (V.6)$$

$$v = k_{Fe_2B} t^{1/2} \quad (V.7)$$

u et v représentent respectivement les épaisseurs des couches de FeB et de Fe₂B.

Tableau V. 3 : Données expérimentales de [87].

Temperature (°C)	Growth rate constant (μm/s ^{0.5})	
	k_{FeB}	k_{Fe_2B}
900	0,1851	0,3437
950	0,2721	0,5121
1000	0,4833	0,8853

V.3.2 Résultats de simulation et discussion

V.3.2.1 Estimation de l'énergie d'activation du bore

Le coefficient de diffusion peut être lié au temps de traitement et à l'épaisseur de la couche de borure par l'expression d'Arrhenius. Pour estimer l'énergie d'activation du bore, il est nécessaire d'avoir au minimum trois températures de traitement pour trois temps de traitement [87]. Sur la base des données expérimentales de [87], nous pouvons estimer l'énergie d'activation de la diffusion du bore dans l'acier AISI H13 en utilisant l'équation (V.8) :

$$u^2 = D_0 t \cdot \exp\left(-\frac{Q_d}{RT}\right) \quad (V.8)$$

La variable u représente l'épaisseur de la couche de borure en (μm), D_0 est le coefficient de diffusion du bore (μm²/s), t représente le temps de boruration, Q_d est la valeur de l'énergie d'activation mesurée en Joules/mol, R est la constante des gaz et T est la température en Kelvin.

Il est facile d'estimer la valeur de l'énergie d'activation en utilisant la loi d'Arrhenius sous une forme linéaire de l'équation (V.8), où Q_d peut être déduite à partir de la pente de la ligne droite obtenue (kJ/mol). Par conséquent, les coefficients de diffusion du bore sont calculés avec cette méthode comme suit :

$$D_{FeB} = 7.61 \times 10^{-2} \exp\left(-\frac{236.43 \text{ kJ mol}^{-1}}{RT}\right) (m^2 s^{-1}) \quad (V.9)$$

$$D_{Fe_2B} = 3.22 \times 10^{-2} \exp\left(-\frac{233.04 \text{ kJ mol}^{-1}}{RT}\right) (m^2 s^{-1}) \quad (V.10)$$

V.3.2.2 Calcul du coefficient de diffusion du bore par la méthode intégrale

Pour améliorer la précision du modèle, il est nécessaire d'obtenir des mesures précises du coefficient de diffusion du bore dans chaque phase. En utilisant les équations fournies par la méthode intégrale, nous pouvons calculer le coefficient de diffusion du bore dans chaque phase ($k_{Fe_2B} = k$, $k_{FeB} = k'$). Dans nos calculs, la concentration de bore à la surface est $C_{up}^{FeB} = 16,40 \text{ wt. \%B}$ et à l'interface FeB/Fe₂B est donnée par $C_{low}^{FeB} = 16,23 \text{ wt. \%B}$, représentant respectivement les teneurs maximales et minimales en bore dans FeB. Les valeurs $C_{up}^{Fe_2B} = 9 \text{ wt. \%B}$ et $C_{low}^{Fe_2B} = 8,83 \text{ wt. \%B}$ représentent les teneurs maximales et minimales en bore dans Fe₂B et à l'interface (Fe₂B/Fe), $C_0 = 35 \times 10^{-4} \text{ wt. \%B}$. Les coefficients de diffusion pour chaque température sont calculés et les résultats sont présentés dans le Tableau V.4.

Tableau V. 4 : Coefficients de diffusion calculés pour différentes températures pour les deux phases.

Température (°C)	D_B^{FeB}		$D_B^{Fe_2B}$	
	Expérimental [87]	Méthode d'Intégral	Expérimental [87]	Méthode d'Intégral
900	$2,41 \times 10^{-12}$	$2,252 \times 10^{-12}$	$1,42 \times 10^{-12}$	$1,35 \times 10^{-12}$
950	$5,26 \times 10^{-12}$	$6,07 \times 10^{-12}$	$3,22 \times 10^{-12}$	$3,58 \times 10^{-12}$
1000	$16,28 \times 10^{-12}$	$15,12 \times 10^{-12}$	$9,32 \times 10^{-12}$	$8,82 \times 10^{-12}$

Le Tableau V.4 montre que les valeurs théoriques des coefficients de diffusion obtenues par la méthode intégrale sont en bon accord avec celles dérivées expérimentalement à partir de la loi parabolique rapportée dans les travaux de [87]. Cet accord est valable pour les trois températures.

V.3.2.3 Simulation de la cinétique du processus de boruration par les deux modèles (Modèle de diffusion simple et le modèle intégrale)

V.3.2.3 .1 Modèle de diffusion simple

Pour exécuter des simulations numériques de la cinétique de la boruration en utilisant le modèle proposé, les paramètres nécessaires sont la température, le temps de boruration, la diffusivité du bore dans chaque phase, ainsi que la concentration de bore dans chaque phase de borure.

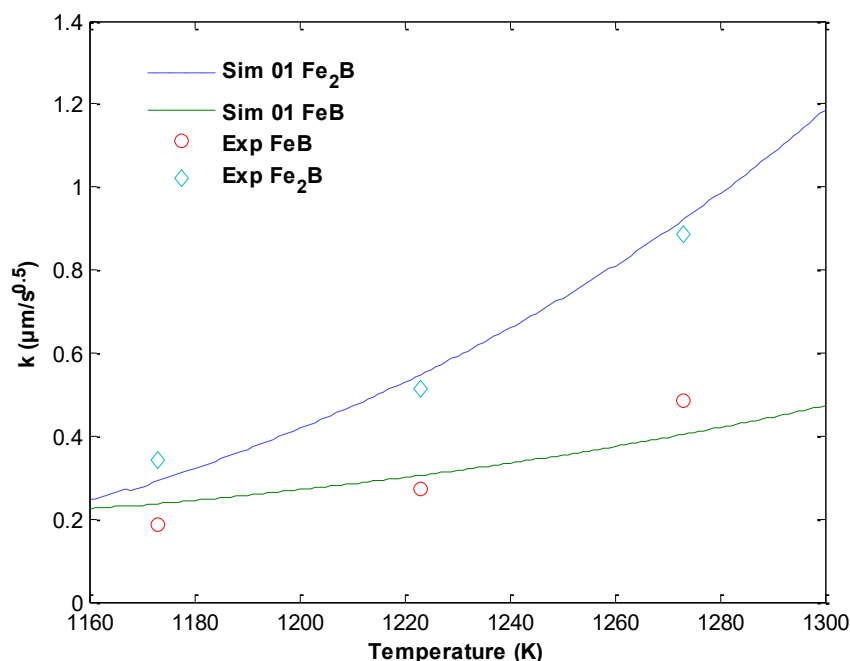


Figure V. 7 : Variation de la constante du taux de croissance en fonction de la température aux premières et deuxième interfaces [87].

Les données cinétiques et les énergies d'activation du bore pour le substrat en fer ont été prises de [89]. Les coefficients de diffusion du bore dans les phases α -Fe et -Fe ont été trouvés dans [16, 89]. Les coefficients de diffusion du bore dans les borures de fer (m^2/s) sont donnés dans la section précédente. La figure V.8 montre l'augmentation de la constante du taux de croissance liée à la température aux premières et deuxième interfaces, avec un bon accord entre les résultats de simulation et les données expérimentales. Il est observé que les constantes du taux de croissance varient de manière exponentielle. De plus, la constante du taux de croissance pour Fe₂B augmente plus rapidement par rapport à la température du processus, contrairement à FeB, dont l'augmentation est plus lente. Cela est également démontré par la variation observée lorsque la température augmente, où la constante du taux de croissance à la

deuxième interface atteint une valeur de 1,2 à 1027°C, soit une augmentation de trois fois comparée à 0,5 pour FeB.

V.3.2.3.2 Modèle intégrale

Pour calculer les valeurs simulées des constantes du taux de croissance, des solutions numériques des équations non linéaires (V.11) et (V.11) obtenues sont nécessaires. Par conséquent, l'épaisseur de chaque couche de borure de fer peut être facilement prédite une fois les constantes du taux de croissance déterminées.

$$k_{FeB} = \sqrt{\frac{D_B^{FeB}}{\frac{C_{up}^{FeB} - C_{low}^{FeB}}{8\beta_1} - \frac{1}{24}}} \quad (V.11)$$

$$D_B^{Fe_2B} = \frac{k(k_{Fe_2B} - k_{FeB})(C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B})}{4\beta_2} - (k_{Fe_2B} - k_{FeB})^2 \left[\frac{(C_{up}^{Fe_2B} - C_{low}^{Fe_2B})}{8\beta_2} + \frac{1}{24} \right] \quad (V.12)$$

Avec $k_{Fe_2B} = k$, $k_{FeB} = k'$

Les valeurs obtenues des constantes du taux de croissance sont données dans le Tableau V.5.

Tableau V. 5 : Comparaison entre les constantes du taux de croissance prédites et les valeurs expérimentales.

	Constante du taux de croissance k ($\mu\text{m/s}^{0.5}$)					
	FeB			Fe ₂ B		
Température (°C)	Exp.[87]	Sim 01 Modèle simple	Sim 02 Méthode d'Intégral	Exp.[87]	Sim 01 Modèle simple	Sim 02 Méthode d'Intégral
900	0,1851	0,236	0,1733	0,3437	0,2909	0,3494
950	0,2721	0,3049	0,2844	0,5121	0,5540	0,5694
1000	0,4833	0,4060	0,4491	0,8853	0,9211	0,8931
Erreur moyenne de simulation (μm)		0,0537	0,0194		0,0435	0,0236
Erreur de simulation (%)		5,37%	1,9%		4,35%	2,36%

D'après le Tableau V.5, nous remarquons que les deux modèles donnent des résultats qui sont cohérents avec les données expérimentales provenant des travaux de [87]. La méthode intégrale montre clairement des résultats plus compatibles avec les expériences, avec une réduction de l'erreur de près de moitié par rapport à l'erreur de simulation du modèle simple.

Cela confirme la validité et la précision du modèle basé sur la méthode intégrale implémenté dans ce travail.

Par conséquent, en utilisant le modèle que nous avons proposé, nous pouvons calculer l'épaisseur de la couche de borure dans chaque phase. Cela peut être fait après avoir calculé tous les paramètres nécessaires. Les valeurs des constantes α_1 , β_1 , α_2 et β_2 sont calculées et présentées dans le Tableau V.6, où les calculs ont été effectués pour une concentration de $C_{up} = 16,40$ wt.% de bore et des températures allant de 900 °C à 1000 °C.

Tableau V. 6 : Valeur calculée des constantes $\alpha_1/\beta_1/\alpha_2/\beta_2$.

	$\alpha_1/\beta_1/\alpha_2/\beta_2$ Constants			
	FeB		Fe ₂ B	
Température (°C)	α_1	β_1	α_2	β_2
900	0,1661	0,0039	0,2317	0,0617
950				
1000				

En utilisant le modèle intégral à partir des valeurs des constantes α_1 , β_1 , α_2 et β_2 nous calculons les paramètres a_1 , b_1 , a_2 et b_2 pour différentes températures et à différents moments allant de 1 à 10 heures. Les résultats de ces calculs sont montrés dans la Figure V.8.

La Figure V.9 montre que la valeur de chaque paramètre diminue exponentiellement avec l'augmentation du temps. Il est également évident que l'augmentation de la température entraîne une diminution de la valeur de chaque paramètre à tout moment donné.

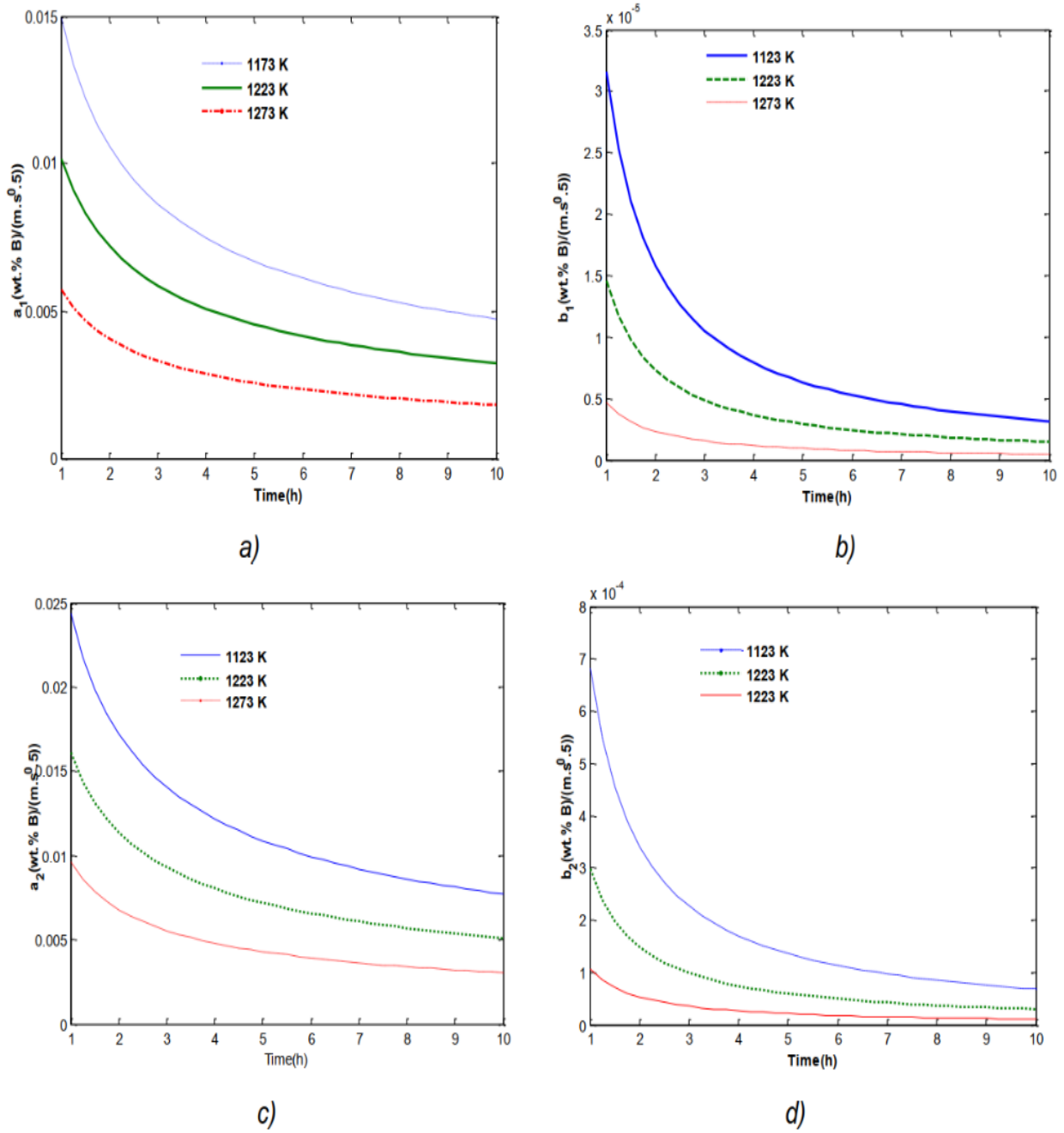


Figure V. 8 : Valeurs de a_1 (a), b_1 (b), a_2 (c), b_2 (d) en fonction du temps pour différentes températures.

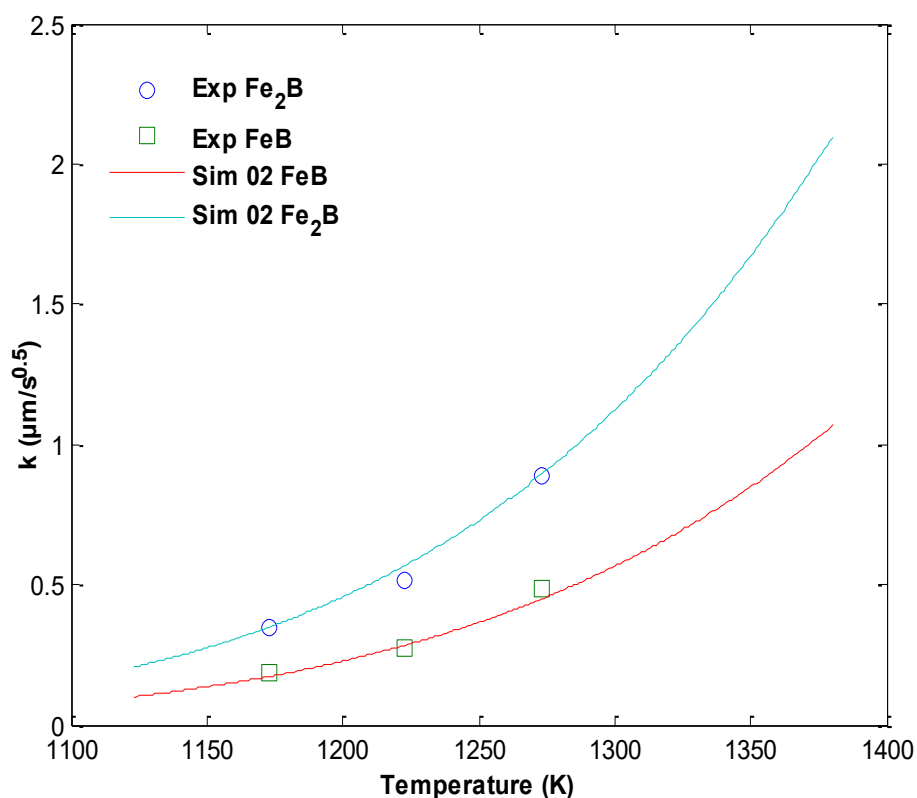


Figure V. 9 : Variation des constantes du taux de croissance de FeB et Fe₂B en fonction de la température, calculée par la méthode intégrale et comparée aux résultats expérimentaux de [87].

La Figure V.10 montre que, pour les deux phases FeB et Fe₂B, la constante du taux de croissance augmente exponentiellement en fonction de l'augmentation de la température. Les résultats théoriques obtenus à partir de la simulation coïncident bien avec les données expérimentales [87].

L'estimation des valeurs des paramètres a_1 , b_1 , a_2 et b_2 selon la procédure donnée dans le travail de référence [82] permet de calculer théoriquement l'épaisseur de la couche de borure de fer en utilisant la méthode intégrale. Les épaisseurs des couches de borure sont estimées en utilisant les équations (V.13) et (V.14) :

$$u(t) = \alpha_1 \cdot \frac{1}{a_1(t)} \quad (\text{V.13})$$

$$(t) = \frac{\alpha_2}{a_2(t)} \quad (\text{V.14})$$

Le tableau V.7 montre les résultats obtenus à partir de la simulation comparée à ceux des expériences menées dans [87].

Tableau V. 7 : Comparaison entre les épaisseurs des couches expérimentales de (FeB + Fe₂B) et les valeurs simulées en utilisant la méthode intégrale.

	Épaisseur de la couche (μm)	
	Exp [87]	Sim
Température (°C)	(FeB+ Fe ₂ B)	(FeB + Fe ₂ B)
925 (for 1 h)	26±2,9	26,8980
925 (for 3 h)	44±3,5	46,5887

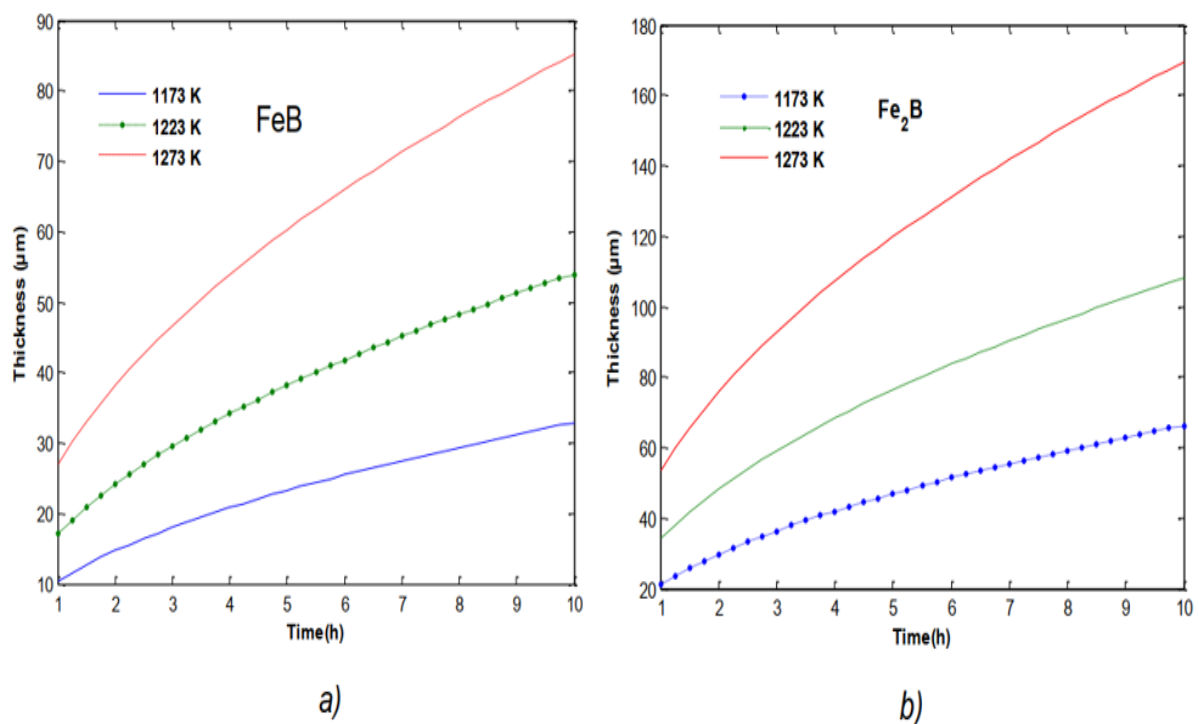


Figure V. 10 : Évolution de l'épaisseur des couches : (a) la couche de borure FeB et (b) la couche Fe₂B en fonction du temps pour trois températures différentes.

La figure V.11 démontre l'évolution des épaisseurs des couches FeB et Fe₂B en fonction du temps, qui varie de 1 à 10 heures. Les résultats sont également donnés pour trois températures différentes comprises entre 900°C et 1100 °C.

D'après la figure V.11, les épaisseurs des couches FeB et Fe₂B augmentent de manière parabolique en fonction du temps. La température du processus a également un effet fort sur l'épaisseur de chaque couche, les températures plus élevées entraînant des couches plus épaisses et une augmentation plus rapide de la croissance des couches. Pour toutes les

températures, la couche Fe_2B montre une augmentation deux fois plus importante que celle de FeB , avec une épaisseur maximale de la couche Fe_2B atteignant près de $180\text{ }\mu\text{m}$ à 1000°C , contre $90\text{ }\mu\text{m}$ pour FeB à la même température (Figure V.12).

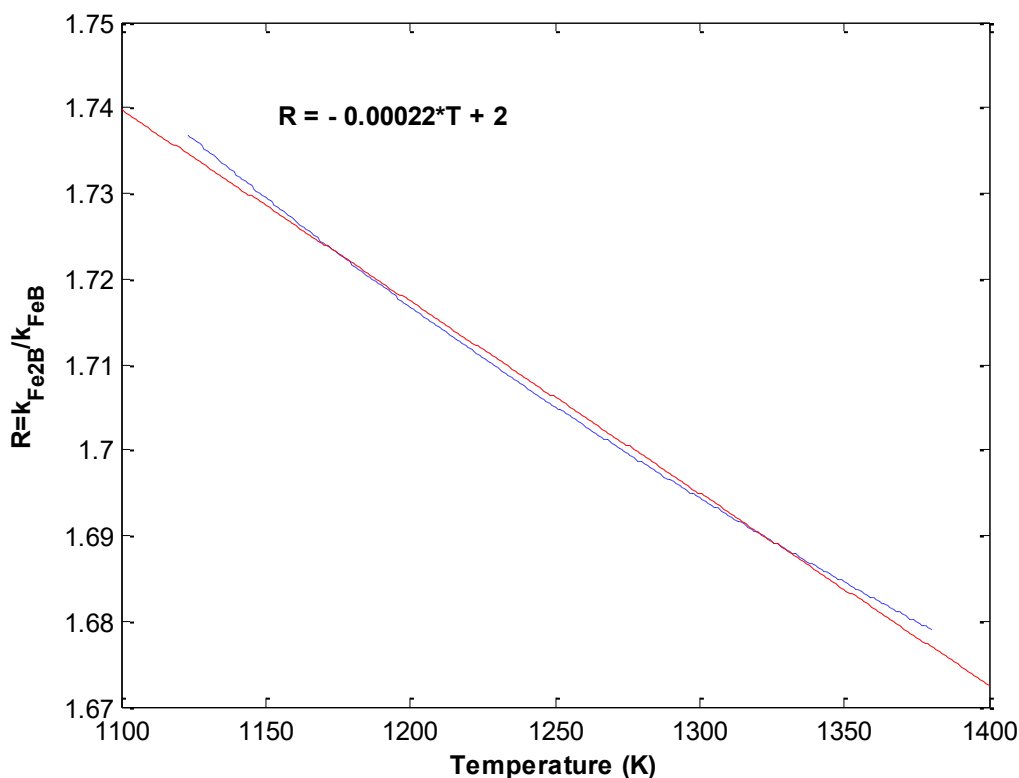


Figure V. 11 : Le rapport des constantes du taux de croissance des couches Fe_2B et FeB .

V.3.2.5 Gain de masse :

Le gain de masse pour les phases FeB et Fe_2B par unité de surface peut être calculé à l'aide des équations (V.15) et (V.16) :

$$G(t)_{\text{FeB}} = \frac{2\rho(C_B^{S/\text{FeB}} - C_B^{\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}})}{\text{erf}\left(\frac{k_{\text{FeB}}}{2\sqrt{D_B^{\text{Fe}_2\text{B}}}}\right)} \sqrt{\frac{D_B^{\text{FeB}} t}{\pi}} \quad (\text{V.15})$$

De la même manière, le gain de masse généré par la formation de la phase Fe_2B peut également être dérivé comme suit :

$$G(t)_{\text{Fe}_2\text{B}} = \frac{2\rho(C_B^{\text{Fe}_2\text{B}/\text{Fe}} - C_B^{\text{Fe}_2\text{B}/\text{FeB}})}{\left[\text{erf}\left(\frac{k_{\text{FeB}}}{2\sqrt{D_B^{\text{Fe}_2\text{B}}}}\right) - \text{erf}\left(\frac{k_{\text{Fe}_2\text{B}}}{2\sqrt{D_B^{\text{Fe}_2\text{B}}}}\right)\right]} \sqrt{\frac{D_B^{\text{Fe}_2\text{B}} t}{\pi}} \quad (\text{V.16})$$

Nous considérons que les couches Fe_2B et FeB se forment instantanément. $G_{\text{FeB}}(t)$ et $G_{\text{Fe}_2\text{B}}(t)$ représentent les gains de masse par unité de surface (g/cm^2) pour FeB et Fe_2B . $\rho_{\text{Fe}_2\text{B}} = 7.336 \text{ g}/\text{cm}^3$ est le volume spécifique de la couche Fe_2B , et $\rho = 7,86 \text{ g}/\text{cm}^3$ représente le volume spécifique du fer. k et k' sont les constantes du taux de croissance, et t est la durée du temps.

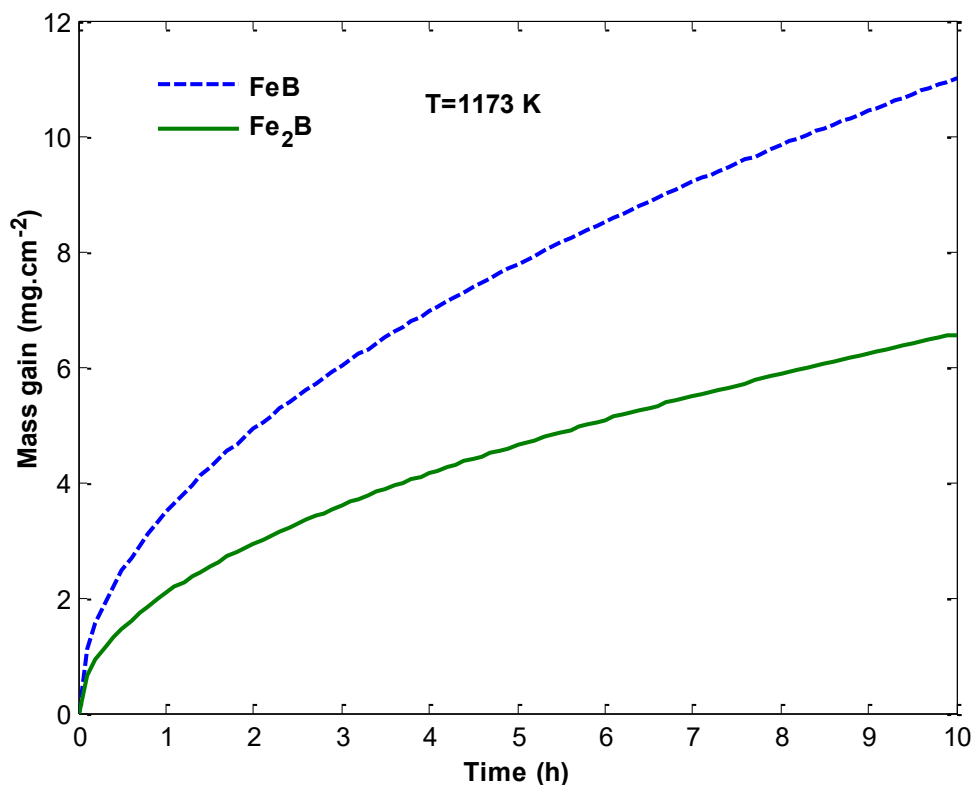


Figure V. 12 : Valeurs du gain de masse estimées dans les couches FeB et Fe_2B pour 900°C .

La figure V.13 montre l'évolution temporelle des gains de masse calculés pour les couches FeB et Fe_2B à 900°C . Il est montré que les gains de masse des deux phases augmentent avec le temps.

Le gain de masse dans la phase FeB est supérieur au gain de masse dans la phase Fe_2B , et la différence de gain de masse entre les deux phases augmente avec le temps.

V.3.3 Conclusion

La modélisation de la diffusion du bore dans le processus de boruration est cruciale pour étudier théoriquement l'effet de différents paramètres et prédire le comportement de ce phénomène, ce qui est important pour développer et appliquer cette méthode sur le plan technologique. Un modèle de diffusion basé sur les équations de bilan de masse aux deux

interfaces en croissance ($\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$ et $\text{Fe}_2\text{B}/\text{Fe}$) a été appliqué pour étudier la cinétique de formation des couches de FeB et Fe_2B sur l'acier AISI D2, et AISI H13 dans la plage de températures de 900 °C à 1000 °C. Le programme créé nous a permis de calculer l'épaisseur de la couche borurée, d'estimer la concentration de bore dans chaque phase et de calculer le gain de masse dans chaque phase. Les taux de formation des couches de Fe_2B et FeB ont un caractère parabolique pour toutes les températures.

Pour l'acier AISI D2 le modèle de diffusion développé a été validé par les données expérimentales de la littérature. Il existe un bon accord entre les données expérimentales et les résultats de la simulation. Concernant AISI H13, nous avons proposé deux modèles adaptés pour étudier la diffusion du bore dans l'acier. Le premier est un modèle simple dérivé de manière conventionnelle, et le second est un modèle basé sur la méthode intégrale. Grâce à ces deux modèles, nous avons pu prédire les constantes du taux de croissance des phases Fe_2B et FeB . Leurs valeurs augmentent de manière exponentielle en fonction de la température du processus.

La concentration de bore en surface influence fortement la croissance de la couche FeB , tandis que son effet sur la couche Fe_2B est plus modéré. L'épaisseur des couches croît de manière parabolique avec le temps, et des températures élevées favorisent une croissance plus rapide. La couche Fe_2B présente une croissance environ deux fois plus importante que celle de FeB . Les résultats simulés, en bon accord avec les données expérimentales, valident la méthode intégrale, qui réduit l'erreur de simulation de moitié par rapport au modèle simple.

Le gain de masse, calculé à 900 °C pour les deux phases, augmente avec le temps, la phase FeB montrant un gain supérieur à celui de Fe_2B .

CONCLUSION GÉNÉRALE

Conclusion générale

Cette étude a porté sur l'analyse et la modélisation du phénomène de diffusion du bore à la surface des aciers lors du processus de boruration, avec pour objectif le développement de modèles mathématiques capables de prédire avec précision l'épaisseur des couches borurées (FeB et Fe_2B) en fonction de paramètres clés tels que le temps, la température et la concentration de bore en surface. Une mauvaise maîtrise de ces paramètres peut en effet entraîner un gaspillage de ressources et une baisse de l'efficacité du traitement thermochimique.

Pour répondre à cette problématique, deux approches ont été mises en œuvre : un modèle de diffusion simplifié et un modèle plus élaboré fondé sur la méthode intégrale. Ces modèles ont été appliqués à deux aciers industriels, AISI D2 et AISI H13, permettant l'estimation des coefficients de diffusion, des énergies d'activation, ainsi que des épaisseurs des couches formées.

Les résultats obtenus mettent en évidence la pertinence du modèle intégral, qui s'est avéré plus précis et mieux corrélé aux données expérimentales disponibles. Il constitue ainsi un outil fiable pour la simulation de la cinétique de croissance des couches de borures et pour l'optimisation des paramètres de traitement thermique dans un contexte industriel.

En conclusion, ce travail fournit une base théorique robuste permettant de limiter les essais expérimentaux, d'améliorer la maîtrise des procédés de boruration, et de guider les traitements thermochimiques vers une meilleure efficacité, tant en termes de performance que de rentabilité.

Références:

1. Barralis, J. and G.J.S.-P.e.N. Maeder, *Précis de Métallurgie Elaboration*. 1997.
2. Baralis, J. and G. Maeder, *Précis métallurgie*, Nathan. 1997, Paris.
3. <https://www.ilocis.org/fr/documents/ILO073.htm>. 4/4/2024.
4. Bensaada, S., *ELABORATION DES METAUX FERREUX (FONTES ET ACIERS)*. 2010: EDITIONS UNIVERSITAIRES E.
5. Merlin, J., et al., *Analyse critique et détermination de la limite de solubilité du carbone dans la ferrite*. 2004: p. 403-412.
6. MAEDER, J.B.G. and J.J.E. Barralis, structure, propriétés et normalisation. Edition Nathan, *Précis de métallurgie*. 1994.
7. HIDOURI, *cour de matériau*. 2016.
8. Le Coze, J.J.M. and Techniques, *La trempe des aciers, points de vue techniques, historiques et scientifiques. Déblocage scientifique et développement des traitements thermiques au début du 20e siècle*. 2022. **110**(2): p. 201.
9. Bouaouadja, N., *matériaux métalliques*, ed. OPU. Vol. t. 1992, Alger : OPU. 378.
10. Rajan, T., C. Sharma, and A. Sharma, *Heat treatment: principles and techniques*. 2023: PHI Learning Pvt. Ltd.
11. Tmoshenko, S. and J.J.U. Goodier, *Teoría de Elasticidad*. 1968.
12. Myhra, S., J. Summers, and E.J.M.L. Kisi, *Ti₃SiC₂—a layered ceramic exhibiting ultra-low friction*. 1999. **39**(1): p. 6-11.
13. LEROUX, C., *Cémentation par le carbone et carbonitruration-mise en œuvre des traitements*. 2011.
14. Kunst, H. and O.J.H.T.M. Schaaber, *The surface boriding of steel. Pt. 2. Growth mechanism and structure of intermediate and diffusion layers*. 1967. **22**(1): p. 1-25.
15. Kulka, M. and M. Kulka, Castro, *Current trends in boriding*. 2019, Springer.
16. Campos-Silva, I., et al., *Kinetics and boron diffusion in the FeB/Fe 2 B layers formed at the surface of borided high-alloy steel*. 2012. **21**: p. 1714-1723.
17. Lindner, T., et al., *Boriding of laser-clad Inconel 718 coatings for enhanced Wear resistance*. 2021. **11**(24): p. 11935.
18. Zhang, X., et al., *Influence of Surface Nanocrystallization on Two-Step Pack-Boronizing of AISI 5120 Steel*. 2023. **13**(7): p. 1242.
19. Hu, M., et al., *Effect of Boronizing on the Microstructure and Mechanical Properties of CoCrFeNiMn High-Entropy Alloy*. 2023. **16**(10): p. 3754.
20. Fichtl, W.J.M. and Design, *Boronizing and its practical applications*. 1981. **2**(6): p. 276-286.
21. Orihel, P., et al., *Characterization and boron diffusion kinetics on the surface-hardened layers of Roy alloy steel*. 2023. **13**(1): p. 113.
22. Suwattananont, N., *Multi-component boron coatings on low carbon steel AISI 1018*. 2010: New Jersey Institute of Technology.
23. Chaima, M.B.-Z., *Simulation De La Cinétique De Boruration Des Alliages Métalliques*. 2022, Université Des Sciences Et De La Technologie Houari Boumediene.
24. Dearnley, P. and T.J.S.E. Bell, *Engineering the surface with boron based materials*. 1985. **1**(3): p. 203-217.
25. Campos-Silva, I., et al., *Characterization of boride layers formed at the surface of gray cast irons*. 2009. **47**(2): p. 75-81.
26. Doñu Ruiz, M.A., et al., *Effect of the boron powder on surface AISI W2 steel: experiments and modelling*. 2021. **2021**: p. 1-9.
27. Klein, C. and B. Dutrow, *Manual of mineral science*. 2007: John Wiley & Sons.
28. Hernández-Sánchez, E., J.C.J.L.U.O. Velázquez, and E.M.i.C. Engineering, *Kinetics of growth of iron boride layers on a low-carbon steel surface*. 2018. **10**.
29. Kunst, H., et al., *Metals, Surface Treatment*, in *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*.

30. Okamoto, H.J.J.o.P.E. and Diffusion, *Supplemental Literature Review of Binary Phase Diagrams: B-Fe, Cr-Zr, Fe-Np, Fe-W, Fe-Zn, Ge-Ni, La-Sn, La-Ti, La-Zr, Li-Sn, Mn-S, and Nb-Re*. 2016. **37**(5): p. 621-634.
31. Czerwinski, F.J.H.T.C. and N. Applications, *Thermochemical treatment of metals*. 2012. **5**: p. 73-112.
32. Yilmaz, R., M.J.J.o.A.i.M. Ekici, and M. Engineering, *Microstructural and hardness characterisation of sintered low alloyed steel*. 2008. **31**(1): p. 23-28.
33. Van, G.T., *Détermination d'un critère de fissuration à chaud par liquation en fonction de la teneur en bore et de sa localisation pour l'acier inoxydable austénitique 316L*. 2018, Université de Bretagne Sud.
34. Gueddouh, A., et al., *Anisotropic elastic properties of Fe_xB (x= 1, 2, 3) under pressure. First-principles study*. 2016. **34**(3): p. 503--516.
35. Petrova, R.S. and N.J.J.o.e.m. Suwattananont, *Surface modification of ferrous alloys with boron*. 2005. **34**: p. 575-582.
36. Simsek, M., et al., *Boronizing effect on the corrosion behaviour of chilled cast iron and AISI 1050 steel*. 2010. **29**(4): p. 241-246.
37. Zouzou, C., *Simulation de la cinétique de boruration des alliages métalliques*. 2022.
38. Pomel'nikova, A., et al., *Features of structural changes due to the formation of the boride crystal structure in steels*. 2011. **5**(2): p. 298-304.
39. Brakman, C., A. Gommers, and E.J.J.o.M.R. Mittemeijer, *Boriding of Fe and Fe-C, Fe-Cr, and Fe-Ni alloys; boride-layer growth kinetics*. 1989. **4**(6): p. 1354-1370.
40. Sinha, A.K.J.A.I., *ASM Handbook, Boriding(boronizing)*. 1991. **4**: p. 437-447.
41. Meléndez, E., et al., *Structural and strength characterization of steels subjected to bonding thermochemical process*. 1997. **234**: p. 900-903.
42. Hernandez-Sanchez, E., et al., *A study on the effect of the boron potential on the mechanical properties of the borided layers obtained by boron diffusion at the surface of AISI 316L steel*. 2014. **2014**.
43. Allaoui, O., *Boruration sans électrolyse des aciers dans des sels fondus et caractérisation des couches borurées obtenues*. 1995, Alger, Ecole Nationale Polytechnique.
44. Burakowski, T. and T. Wierzchon, *Surface engineering of metals: principles, equipment, technologies*. 1998: CRC press.
45. Campos Silva, I., et al., *The Boriding Process for Enhancing the Surface Properties of High-Temperature Metallic Materials*. 2023: p. 221-259.
46. Ueda, N., et al., *Boriding of nickel by the powder-pack method*. 2000. **126**(1): p. 25-30.
47. Campos, I., et al., *Kinetic study of boron diffusion in the paste-boriding process*. 2003. **352**(1-2): p. 261-265.
48. Goeriot, P., et al., *The influence of alloying element additions on the boriding of steels*. 1982. **55**(1): p. 9-19.
49. Krukovich, M.G.e., B. Prusakov, and I.G.e. Sizov, *Plasticity of boronized layers*. Vol. 237. 2016: Springer.
50. Çalik, A.J.I.i., *Effect of powder particle size on the mechanical properties of boronized EN H320 LA steel sheets*. 2013. **53**(1): p. 160-164.
51. Ornig, H. and O.J.H.-T.M. Schaaber, *Observation of surface boriding of steel*. 1962. **17**(3): p. 131-140.
52. Allaoui, O., et al., *Characterization of boronized layers on a XC38 steel*. 2006. **201**(6): p. 3475-3482.
53. MEBAREK, B., *ÉTUDE NUMÉRIQUE DE LA CINÉTIQUE DE BORURATION*. 2012, Ecole nationale polytechnique d'Oran-Maurice Audin.
54. Makuch, N., P. Dziarski, and M.J.C. Kulka, *Gas technique of simultaneous borocarburing of armco iron using trimethyl borate*. 2020. **10**(6): p. 564.
55. Sezgi, N.A., et al., *BHCl₂ formation during chemical vapor deposition of boron in a dual-impinging jet reactor*. 1997. **36**(12): p. 5537-5540.

56. Casadesus, P., C. Frantz, and M.J.M.T.A. Gantois, *Boriding with a thermally unstable gas (diborane)*. 1979. **10**: p. 1739-1743.
57. Przybyłowicz, K., *Teoria i praktyka borowania stali*. 2001: Wydawnictwo Politechniki Świętokrzyskiej.
58. Atik, E., U. Yunker, and C.J.T.I. Meriç, *The effects of conventional heat treatment and boronizing on abrasive wear and corrosion of SAE 1010, SAE 1040, D2 and 304 steels*. 2003. **36**(3): p. 155-161.
59. Genel, K., et al., *Kinetics of boriding of AISI W1 steel*. 2003. **347**(1-2): p. 311-314.
60. Von Matuschka, A.G.J.H. and Son, *Boronizing*. 1981: p. 97.
61. Yan, P., et al., *High-temperature behavior of the boride layer of 45# carbon steel*. 2001. **71**(1): p. 107-110.
62. Taktak, S., S.J.J.o.M.E. Tasgetiren, and Performance, *Identification of delamination failure of boride layer on common Cr-based steels*. 2006. **15**: p. 570-574.
63. Rodríguez-Castro, G., et al., *Effect of boriding on the mechanical properties of AISI 1045 steel*. 2009. **65**: p. 63-68.
64. Campos-Silva, I.E. and G.A. Rodríguez-Castro, *Boriding to improve the mechanical properties and corrosion resistance of steels, in Thermochemical surface engineering of steels*. 2015, Elsevier. p. 651-702.
65. Tabur, M., et al., *Abrasive wear behavior of boronized AISI 8620 steel*. 2009. **266**(11-12): p. 1106-1112.
66. Protsik, V., V. Zamikhovskii, and V.J.S.m.s.a.t.o.F.-k.m.m.A.o.S.o.t.U.S. Pokhmurskii, *Effect of alloying elements on the fatigue strength of medium-carbon steel after boriding*. 1973. **6**: p. 549-551.
67. Gurevich, B. and V.J.S.m.s.a.t.o.F.-k.m.m.A.o.S.o.t.U.S. Pirogova, *Dependence of the fatigue strength of electrolytically borided steel on the character of internal stress distribution*. 1967. **3**(6): p. 506-507.
68. Alimov, Y.A., S. Gordienko, and E.J.P.C.J. Tikalovich, *Corrosion resistance of boride coatings in solutions of medicinal preparations*. 1976. **10**(4): p. 530-531.
69. Val'skii, E. and M.J.S.m.s.a.t.o.F.-k.m.m.A.o.S.o.t.U.S. Khusit, *The corrosion and strength characteristics of heat exchangers with a boride coating*. 1981. **17**(1): p. 95-96.
70. Davis, J.R., *Surface hardening of steels: understanding the basics*. 2002: ASM international.
71. Nait Abdellah, Z., *Caractérisation physico-chimiques, calculs thermodynamiques des phases et simulation de la cinétique de croissance des couches de borures sur des substrats métalliques*. 2012, UMMTO.
72. Frayret, C., *Application de la Théorie de la Fonctionnelle de la Densité à la modélisation de la diffusion de l'ion oxygène dans des électrolytes solides modèles et des conducteurs mixtes*. 2004, Université de Bordeaux I.
73. Mehrer, H., *Diffusion in solids: fundamentals, methods, materials, diffusion-controlled processes*. Vol. 155. 2007: Springer Science & Business Media.
74. Keddarn, M., et al. *The effective diffusion coefficient of boron in the Fe₂B layers formed on the iron substrate*. in *MATEC Web of Conferences*. 2013. EDP Sciences.
75. Dybkov, V.J.J.M.M.M.E., *Basics of formation of iron boride coatings*. 2016. **2**: p. 30-46.
76. Türkmen, İ., et al., *Investigation of tribological behaviour and diffusion model of Fe₂B layer formed by pack-boriding on SAE 1020 steel*. 2019. **377**: p. 124888.
77. Goodman, T.R., *Application of integral methods to transient nonlinear heat transfer, in Advances in heat transfer*. 1964, Elsevier. p. 51-122.
78. Zouzou, C., M.J.M.R. Keddarn, and Technology, *Application of integral method for investigating the boriding kinetics of AISI 316 steel*. 2020. **117**(2): p. 202.
79. Kirkaldy, J.J.C.J.o.P., *Diffusion in multicomponent metallic systems*. 1957. **35**(4): p. 435-440.
80. Dybkov, V.I., *Reaction diffusion and solid state chemical kinetics*. 2010.
81. Dybkov, V.J.K.I.P., *Chemical Kinetics*. 2013.

82. Keddami, M., M.J.P.o.M. Kulka, and Metallography, *Simulation of the growth kinetics of FeB and Fe₂B layers on AISI D2 steel by the integral method*. 2018. **119**: p. 842-851.
83. Campos, I., et al., *Growth kinetics of borided layers: Artificial neural network and least square approaches*. 2007. **253**(14): p. 6226-6231.
84. Mebarek, B., M.J.M. Keddami, and Techniques, *A fuzzy neural network approach for modeling the growth kinetics of FeB and Fe₂B layers during the boronizing process*. 2018. **106**(6): p. 603.
85. Campos-Silva, I., et al., *Boride layers: growth kinetics and mechanical characterization*, in *Encyclopedia of Iron, Steel, and Their Alloys (Online Version)*. 2016, CRC Press. p. 331-345.
86. Keddami, M. and S.J.A.S.S. Chentouf, *A diffusion model for describing the bilayer growth (FeB/Fe₂B) during the iron powder-pack boriding*. 2005. **252**(2): p. 393-399.
87. Abdellah, Z.N., B. Boumaali, and M.J.M.T. Keddami, *Experimental evaluation and modelling of the boronizing kinetics of AISI H13 hot work tool steel*. 2021. **63**(12): p. 1136-1141.
88. Yu, L., et al., *FeB/Fe₂B phase transformation during SPS pack-boriding: Boride layer growth kinetics*. 2005. **53**(8): p. 2361-2368.
89. Mebarek, B., et al., *Modèle de simulation pour l'étude de la boruration thermochimique de l'acier inoxydable «AISI 316»(X5CrNiMo17-12-2)*. 2012. **100**(2): p. 167-175.

ملخص

تُعد البورنة عملية كيميائية حرارية تهدف إلى تشكيل طبقات سطحية من البوريدات ذات صلابة عالية جدًا تصل إلى حوالي HV2000 ، مما يمنحها مقاومة ممتازة للتآكل ودرجات الحرارة المرتفعة. تتم هذه العملية عن طريق نشر البور عند درجات حرارة تتراوح بين 1073 و 1273 كلفن، ولمدة تتراوح من ساعة إلى 12 ساعة، مما يؤدي إلى إغناء السطح بعنصر البور. يقدّم هذا العمل دراسة نظرية لمحاكاة هذه العملية على كل من فولاذ AISI D2 و فولاذ AISI H13، بالاعتماد على النموذج البسيط والنموذج المعتمد على الطريقة التكاملية، انطلاقًا من معادلات توازن الكتلة. تمت مقارنة سماكات الطبقات المتوقعة وفق هذه النماذج مع النتائج التجريبية. ومن أجل تحسين دقة التنبؤات، من الضروري الحصول على قياسات دقيقة لمعاملات انتشار البور في كل مرحلة. بعد التحقق من صحة النماذج، مما يؤكد موثوقية النماذج المستخدمة.

الكلمات المفتاحية: البورنة، الانتشار، بوريدات الحديد، النموذج البسيط، الطريقة التكاملية.

Résumé

La boruration est un procédé chimio-thermique visant à former des couches superficielles de borures extrêmement dures, atteignant environ 2000 HV, ce qui leur confère une excellente résistance à l'usure et aux températures élevées. Ce processus s'effectue par diffusion du bore à des températures comprises entre 1073 et 1273 K, pendant une durée variant de 1 à 12 heures, enrichissant ainsi la surface en bore. Ce travail présente une étude théorique de la modélisation de ce procédé sur les aciers AISI D2 et AISI H13, en s'appuyant sur le modèle simplifié et le modèle basé sur la méthode intégrale, à partir des équations de bilan massique. Les épaisseurs des couches prédites par ces modèles ont été comparées aux résultats expérimentaux. Pour améliorer la précision des prédictions, il est essentiel d'obtenir des mesures précises des coefficients de diffusion du bore dans chaque phase. Après validation, les modèles ont confirmé leur fiabilité.

Mots-clés : Boruration, diffusion, borures de fer, modèle simple, méthode intégrale.

Abstract

Boronizing is a thermochemical process aimed at forming extremely hard surface layers of borides, reaching hardness levels of approximately 2000 HV, which provides excellent resistance to wear and high temperatures. This process involves the diffusion of boron at temperatures ranging from 1073 to 1273 K for durations between 1 and 12 hours, thereby enriching the surface with boron. This work presents a theoretical study on the modeling of this process applied to AISI D2 and AISI H13 steels, using both a simplified model and a model based on the integral method, derived from mass balance equations. The layer thicknesses predicted by these models were compared with experimental results. To enhance the accuracy of these predictions, precise measurements of boron diffusion coefficients in each phase are essential. After validation, the models demonstrated their reliability.

Keywords: Boronizing, diffusion, iron borides, simplified model, integral method.